Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

166. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT
MIT 6 ABBILDUNGEN IM TEXT
(ABGESCHLOSSEN AM 8. APRIL 1959)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1959

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 166 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß)-Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Püschel, R., E. Lassner und P. L. Reiser, Über die Verwendung metallspezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen. IV. Schnellbestimmung von Sulfat durch Titration mit Bleimaßlösung. Mit 1 Textabbildung 401

Bakács-Polgár, E., und L. Szekeres, Schnelle Fällungsmethode zur Bestimmung der Phosphat- und Sulfationen nebeneinander 406

Erdey, L., und J. Inczédy, Titrationen mit Wasserstoffperoxyd- und Natriumhypobromitmaßlösungen 410

Merz, E., Über die Fällungsbedingungen von Spurenmengen Plutonium mit Mandelsäure als Fällungsreagens. Mit 1 Textabbildung 417

den Boef, G., J. den Boef-Nugteren und B. van Laar, Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse. II. Die Bestimmung von Arsen(III) und Tellur(IV) 422

Kainz, G., Individuelle Verbrennung organischer Verbindungen mit einer Automatik. Mit 4 Textabbildungen 427

Riedel, O., und E. Uhlmann, Fraktometrische Analyse von Deuterium im Wasserstoffstrom 433

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtrgt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem chemischen Laboratorium der Versuchsanstalt der Metallwerke Plansee AG., Reutte/Tirol und aus dem Institut für anorganisch-chemische Technologie und analytische Chemie der T.H. Graz

Über die Verwendung metallspezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen

IV. Schnellbestimmung von Sulfat durch Titration mit Bleimaßlösung*

Von

R. Püschel, E. Lassner und P. L. Reiser

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 3. November 1958)

Eine rasche und exakte Sulfatbestimmung gehört mit zu den vordringlichsten Problemen der analytischen Chemie, die noch nicht befriedigend gelöst sind. Zwar sind besonders in der letzten Zeit zahlreiche Arbeiten veröffentlicht worden, die sich mit der Titration mit Blei- oder Bariummaßlösung befassen, bei teils potentiometrischer, teils visueller Indikation. Doch bei den meisten dieser Verfahren ergeben sich bei der Anwendung Schwierigkeiten, hauptsächlich durch die Diskrepanz bedingt, die zwischen den Bedingungen besteht, bei denen einerseits das Sulfat quantitativ ausfällt, andererseits die Indicatoren ansprechen. In bezug auf ihre Eignung als Indicatoren hat man hauptsächlich Rhodizonat und Tetraoxychinon[6] untersucht. Auch Stilbnaphthazo[5] sowie Eosin und Erythrosin[2,9] sind empfohlen worden. Wegen ihrer Güte verdient weiterhin die Mikrosulfattitration mit Bariumperchlorat gegen Thorin[3,11] besondere Beachtung.

Nach unseren früheren Untersuchungen[4,7,8] lassen sich Molybdat und Wolframat mit Bleimaßlösung bei Verwendung metallochromer Indicatoren ausgezeichnet titrieren. Die Methoden sind zum Unterschied von den mit Adsorptionsindicatoren arbeitenden Verfahren gegen Fremdsalze wenig empfindlich.

In der vorliegenden Arbeit wird über die Eignung gewisser Metallindicatoren bei der Titration von Sulfat mit Bleilösung berichtet. Die Untersuchungen erstrecken sich auf die Indicatoren PAR [Pyridyl-(2-azo-4)-resorcin], Cu-ÄDTA-PAN (Indicatorsystem Kupferkomplexonat-[1-(-Pyridylazo)-2-naphthol]), Xylenolorange, Natriumalizarinsulfonat und auf Dithizon, das von Archer[1] zur Endpunktsbestimmung der Sulfattitration mit Blei empfohlen worden ist.

* III. Mitteilung: E. Lassner, R. Scharf und R. Püschel: diese Z. **165**, 29 (1959).

Ergebnisse

Die Hauptschwierigkeiten bei der Verwendung der eben genannten Indicatoren liegen einerseits in ihrer hohen Empfindlichkeit gegen Bleiionen, andererseits in der verhältnismäßig hohen Löslichkeit des Bleisulfats. Wir haben früher[7] darauf hingewiesen, daß man Molybdat mit Bleilösung in Gegenwart von (mäßigen) Mengen an Sulfat gegen Cu-ÄDTA-PAN oder PAR ohne weiteres titrieren kann; die Löslichkeit von Bleisulfat ist in heißer, wäßriger Lösung derart hoch, daß die Molybdattitration durch Sulfat gar nicht gestört wird.

Erhöhte Temperatur muß daher bei der Sulfattitration offenbar ausgeschlossen werden. Dagegen ist es wünschenswert, das Löslichkeitsprodukt des Bleisulfats möglichst herabzudrücken und die Empfindlichkeit der untersuchten Indicatoren der Löslichkeit des Bleisulfats anzupassen.

Methanol und Äthanol eignen sich nach unseren Versuchen nicht zum Herabsetzen der Löslichkeit des Bleisulfats. Selbst in 50%igem Äthanol haben wir keine befriedigenden Resultate erhalten. Ein weiteres Erhöhen des äthanolischen Anteils muß aber vermieden werden, weil es in solchen Lösungen (bei Anwesenheit von Fremdsalzen) bereits leicht zur Fällung von Salzen kommen kann, wodurch die genaue Sulfatbestimmung unmöglich gemacht wird. In Übereinstimmung mit Sporek[10], der die Bedingungen für die Bleisulfatfällung bei einer komplexometrischen Sulfatbestimmung untersuchte, erhielten auch wir bei Verwendung von Isopropanol die besten Ergebnisse; auch Aceton, das von Archer[1] verwendet wurde, erwies sich dem Methanol und Äthanol überlegen. Man arbeitet nach unseren Versuchen zweckmäßig in 50%igem Isopropanol. Eine weitere Erhöhung des Gehaltes an organischem Lösungsmittel führt zu Ausscheidungen von noch nicht titriertem Sulfat (in Form seiner Salze), welches sich dadurch der Bestimmung entzieht. Die von Archer beobachtete Störung durch Kaliumionen läßt sich damit erklären, daß in 80%igem Aceton, welches er als Medium verwendet, Kaliumsulfat ausfällt.

Doch auch in wäßrig-isopropanolischer Lösung ist die Löslichkeit von Bleisulfat noch hinreichend hoch, um die sehr empfindlichen Indicatoren *bereits vor* Erreichen des Äquivalenzpunktes bleibend umschlagen zu lassen. Um eine richtige Endpunktsanzeige zu erzielen, muß man die Indicatorempfindlichkeit abschwächen, was durch passende p_H-Einstellung erfolgen kann. Die Stabilität (und damit die Empfindlichkeit) der Metall-Indicatorkomplexe sind nämlich stark p_H-abhängig (bei der Bildung der Komplexe werden H^+-Ionen frei). Wir haben zahlreiche Titrationen in 50%igem Isopropanol bei einfacher Einstellung des Endpunktes ausgeführt, um die Abhängigkeit des bei der Titration auftretenden Fehlers vom p_H-Wert des Titrationsmediums festzustellen. Die Versuchsergebnisse, die in Abb. 1 wiedergegeben sind, gestatten für

die einzelnen Indicatoren dasjenige p_H-Gebiet abzugrenzen, in dem sie den Endpunkt richtig anzeigen. Man sieht, daß alle Indicatoren bei zu hohem p_H-Wert zu früh umschlagen, weil ihre Empfindlichkeit zu groß ist; bei zu niedrigen p_H-Werten sind die Blei-Indicatorkomplexe bereits so geschwächt, daß ein höherer Bleiüberschuß notwendig wird, um den Farbumschlag herbeizuführen.

PAR, Xylenolorange und Alizarin S, sowie Dithizon schlagen in einem relativ breiten p_H-Gebiet um, während das Alizarin S praktisch nur bei p_H 4 richtige Werte liefert. Cu-ÄDTA-PAN schlägt stets zu früh um, durch höhere Bleikonzentrationen, die auch weit vor Erreichen des Äquivalenzpunktes örtlich an der Eintropfstelle vorliegen, wird aus dem Cu-ÄDTA-Komplex hinreichend Blei verdrängt, um das PAN umschlagen zu lassen. Wie wir bereits in den früheren Mitteilungen festgestellt haben, ist ein derartiges, vorzeitiges Umschlagen von PAN *irreversibel*.

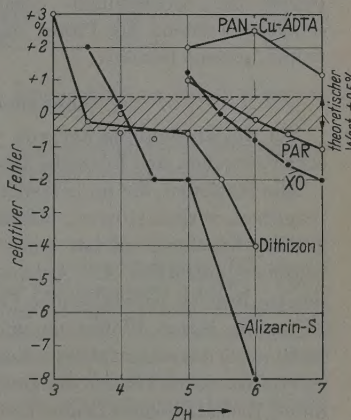

Abb. 1. Einfluß des p_H-Wertes auf die Titrationsergebnisse

Bei Xylenolorange und Alizarinsulfonat zeigt sich, daß zusätzlich noch Adsorptionserscheinungen auftreten — der Niederschlag erscheint im ersten Falle blauviolett, im zweiten rotviolett. In beiden Fällen erscheinen, selbst im optimalen p_H-Bereich, die Farbumschläge wesentlich zu früh, sie gehen beim Stehenlassen der Probe allerdings zurück, jedoch sehr langsam, offenbar weil die Reaktion der Sulfationen mit dem am Niederschlag adsorbierten Blei-Indicatorkomplex wesentlich langsamer vor sich geht als die mit dem nicht adsorbierten Indicatorkomplex und den freien Bleiionen. Dies bedingt eine sehr langsame Tropfenfolge bei der Titration. Aus praktischen Gründen erachten wir daher Xylenolorange und Alizarinsulfonat zur Indikation der Sulfattitration mit Blei für ungeeignet. Als wirklich brauchbare Indicatoren verbleiben somit nur PAR und Dithizon.

Auch bei diesen Indicatoren zeigt sich vor Erreichen des Endpunktes ein gewisses „Pendeln". Bei Durchführung der Titration im richtigen p_H-Gebiet ist der Endpunkt sehr deutlich erkennbar. Einen Tropfen vor dem Endpunkt geht die Färbung nurmehr unvollständig zurück, der Endpunkt ist erreicht, wenn auf Zusatz eines weiteren Tropfens an Bleilösung keine weitere Farbvertiefung eintritt. Allgemein läßt sich nach der weiter unten angegebenen Arbeitsvorschrift der Endpunkt auf einen

Tropfen 0,1 m Bleilösung erkennen. Durch wiederholtes Einstellen des Endpunktes mit Sulfat- und Bleimaßlösung gelingt es, den Tropfenfehler ganz wesentlich zu verringern, wenn man aus den erhaltenen Werten das Mittel zieht.

Bei Verwendung von PAR (p_H 6) schlägt der Indicator von Gelb nach Rot um, bei Dithizon (p_H 4) findet der Farbumschlag von Blauviolett nach Rosa statt. Die p_H-Einstellung geschieht in der isopropanolischen Lösung mit verdünnter Salpetersäure und muß unbedingt mittels eines p_H-Meters kontrolliert werden, da mit Indicatorpapier bei Anwesenheit organischer Lösungsmittel falsche Werte erhalten werden. Als Puffer hat sich bei allen Untersuchungen Urotropin bestens bewährt.

Anwendungsmöglichkeiten

Für die Anwendung der von uns ausgearbeiteten Durchführungsvorschrift ergeben sich folgende Aussichten:

Alle Kationen, die im betreffenden p_H-Bereich mit PAR oder Dithizon reagieren, wirken störend, lassen sich jedoch von der zu untersuchenden Lösung unschwer mittels eines Sodaauszuges oder eines Kationenaustauschers entfernen. Alle Anionen stören, die mit Bleiionen im betreffenden p_H-Bereich schwerlösliche Verbindungen bilden (Chromat, Molybdat, Phosphat, Borat, Wolframat und Fluorid). Gegenwärtig arbeiten wir an Methoden, die es gestatten sollen, auf der Basis von Fällungstitrationen das Sulfat neben einigen der genannten Anionen zu bestimmen. Anionen, deren Bleisalz höhere Löslichkeit hat als das Bleisulfat, stören in geringeren Konzentrationen nicht. Wir haben besonders den Einfluß von Chlorid, Carbonat und Nitrat untersucht. Dabei wird festgestellt, daß ein gewisser Chloridgehalt die Schärfe des Farbumschlages beeinträchtigt. Allerdings können noch bei 50 mg Chlorid/50 ml Lösung richtige Sulfatwerte erhalten werden. Archer[1] hat festgestellt, daß bei seiner Arbeitsweise auch wesentlich geringere Chloridkonzentrationen schwere Störungen verursachen. Hierzu soll bemerkt werden, daß in 80%igem Aceton die Löslichkeit des Bleichlorids bereits so niedrig ist, daß dadurch merkliche Mengen an Titrationsmittel verbraucht werden und so beachtliche Überwerte auftreten. Hohe Nitratkonzentrationen, wie ganz allgemein hohe Salzkonzentrationen, verzögern etwas die Fällung von Bleisulfat, auch werden die Umschläge unscharf (Schwächung der Komplexstabilität, Fremdioneneffekt). Allerdings sind bei Dithizon bis zu 1 g Natriumnitrat/50 ml Lösung, bei Verwendung von PAR bis zu 0,5 g Natriumnitrat/50 ml Lösung zulässig. Etwa vorhandenes Hydrogencarbonat muß bei Verwendung von PAR (p_H 6) durch Ansäuern und Verkochen vor der Titration entfernt werden. Gelöstes Kohlendioxyd, wie es bei der Titration mit Dithizon (p_H 4) vorliegt, stört dagegen nicht.

Nach der weiter unten angegebenen Arbeitsvorschrift lassen sich 2—100 mg Sulfat in 50 ml Volumen mit Tropfengenauigkeit titrieren. Steigt der Sulfatgehalt auf über 100 mg/50 ml, so muß die Titriergeschwindigkeit herabgesetzt werden, da es sonst infolge von Occlusion zu fehlerhaften Ergebnissen kommt. Unter 2 mg Sulfat/50 ml findet die Sulfatfällung so langsam statt, daß eine Titration hier problematisch wird.

Tabelle

mg Sulfat gegeben	mg Sulfat gefunden	mg Sulfat Differenz
2,22	2,30	+ 0,08
49,1	49,1	0,0
49,1	49,0	— 0,1
98,2	98,1	— 0,1
192,5	193,4	+ 0,9
192,5	191,5	— 1,0

Daher ist es auch nicht möglich, die vorgeschlagene Arbeitsweise in den Mikrobereich zu übertragen.

Die Tabelle zeigt einen Auszug einer großen Reihe von Werten, die nach der endgültigen Arbeitsvorschrift erhalten worden sind.

Arbeitsvorschrift

Lösungen und Reagentien. 0,1 m Natriumsulfatlösung. Der genaue Gehalt wird durch Fällung als Bariumsulfat bestimmt. — 0,1 m Bleinitratlösung. Der genaue Titer der Lösung wird mittels komplexometrischer Titration gegen Cu-ÄDTA-PAN ermittelt. — 0,1%ige wäßrige Lösung von PAR (der Indicator ist bei der Fa. E. Merck, Darmstadt, erhältlich). — 0,1%ige Lösung von Dithizon in Tetrachlorkohlenstoff. — Alle übrigen verwendeten Reagentien entsprechen dem Reinheitsgrad p. a. Auf das destillierte Wasser ist besonders zu achten. Anwesenheit von Schwermetallspuren, wie z. B. von Kupfer u. ä. macht den Indicator unwirksam oder beeinträchtigt zumindest die Güte des Endpunktes.

Bestimmung. Man säuert die zu untersuchende Lösung (frei von Schwermetallen), die 2—100 mg Sulfat und nicht über 0,5 g Natriumnitrat und 50 mg Chlorid enthalten darf, mit verdünnter Salpetersäure schwach an und kocht die Kohlensäure aus. (Bei Verwendung von Dithizon kann dieser Schritt unterbleiben.) Man verdünnt auf 25 ml, setzt 0,5 g festes Hexamethylentetramin, weiterhin 25 ml Isopropanol zu und bringt mit verdünnter Salpetersäure oder verdünntem Ammoniak unter Verwendung eines p_H-Meters auf p_H 6 (bei Dithizon auf p_H 4). Man titriert aus einer in 0,01 oder 0,02 ml unterteilten 10 ml-Bürette mit 0,1 m Bleinitratlösung unter starkem Rühren (Magnetrührer), bis der Indicator bleibend umschlägt und Zusatz eines weiteren Tropfens zu keiner wesentlichen Farbvertiefung führt. PAR schlägt von Rot nach Gelb, Dithizon von Blauviolett nach Lachsrosa um.

Je nach der Konzentration von Fremdsalzen beträgt der Titrationsfehler bei einfacher Endpunktseinstellung bis zu 0,05 ml Maßlösung d. s. rund 0,5 mg Sulfat absolut. „Einpendeln" des Endpunktes (siehe S. 403) verringert den Fehler ganz wesentlich. 1 ml 0,1 m Bleilösung $\simeq$ 9,607 mg Sulfat.

Zusammenfassung

Die Eignung verschiedener Metallindicatoren zur Endpunktsanzeige bei der Fällungstitration von Sulfat mit Bleimaßlösung wird untersucht. PAR [Pyridyl-(2-azo-4)-resorcin] und Dithizon (Diphenylthiocarbazon) ergeben scharfe Endpunkte. In 50%igem Isopropanol lassen

sich 2—100 mg Sulfat in 50 ml Lösung mit einem Fehler von ± 0,2 bis 0,5 mg Sulfat titrieren. Der Fehler läßt sich durch mehrfache Einstellung des Endpunktes wesentlich verringern. Anwesenheit von Schwermetallen, sowie von Molybdat, Wolframat, Phosphat, Borat und Fluorid stört. Schwermetalle lassen sich mittels eines Sodaauszuges oder eines Kationenaustauschers entfernen. Bis zu 50 mg Chlorid in 50 ml stören nicht, bei Gehalten von über 1 g Natriumnitrat/50 ml werden die Endpunkte unscharf. Die Bestimmung von Sulfat auf diese Weise gelingt leicht in 3 min. Wegen der hohen Löslichkeit des Bleisulfats läßt sich die Methode zur Titration von Sulfatmengen unter 2 mg nicht anwenden.

Literatur

[1] Archer, E. E.: Analyst **82**, 208 (1957); vgl. diese Z. **160**, 46 (1958). — [2] Burg, W. V.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **11**, 28 (1939). — [3] Fritz, J. S., u. S. S. Yamamura: Analyt. Chemistry **27**, 1461 (1955); vgl. diese Z. **154**, 283 (1957). — [4] Lassner, E., R. Scharf u. R. Püschel: diese Z. **165**, 29 (1959). — [5] Markova, L. W.: Ukrain. chim. Ž. **23**, 89 (1957). — [6] Merck, E.: Organische Reagenzien f. d. anorg. Analyse. Verlag Chemie, Weinheim/B. 1952, S. 67. — [7] Püschel, R., E. Lassner u. R. Scharf: diese Z. **163**, 104 (1958). — [8] Püschel, R., E. Lassner u. R. Scharf: diese Z. **163**, 344 (1958). — [9] Ricci, J. E.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **8**, 130 (1936); vgl. diese Z. **110**, 44 (1937). — [10] Sporek, K. F.: Analyt. Chemistry **30**, 1032 (1958). — [11] Wagner, H.: Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 19; vgl. diese Z. **158**, 439 (1957).

Dipl.-Ing. Dr. techn. Erik Lassner, Metallwerk Plansee AG., Reutte/Tirol, Österreich

---

Aus dem Institut für Chemie der Tierärztlichen Hochschule
und dem Institut für Chemie der Landwirtschaftlichen Universität Budapest

Schnelle Fällungsmethode zur Bestimmung der Phosphat- und Sulfationen nebeneinander

Von
E. Bakács-Polgár und L. Szekeres

(Eingegangen am 4. November 1958)

Phosphat- und Sulfationen werden im allgemeinen gravimetrisch bestimmt. Es sind aber auch zahlreiche volumetrische Bestimmungsverfahren für die Einzelbestimmung von Sulfat- oder Phosphationen bekannt.

So können Sulfationen nach Levol[11] und Mindalew[13] mit $Pb(NO_3)_2$-Lösung in Gegenwart von KJ als Indicator titriert werden. Raschigs[16] bekannte, aber nicht genaue Methode beruht auf der Schwerlöslichkeit des Benzidinsulfats. Strebinger u. Zombory[17] empfehlen $BaCl_2$-Maßlösung und Natriumrhodizonat als Indicator. Ein bekanntes jodometrisches

Verfahren rührt von ANDREWS[1] her. Von indirekten Verfahren sind neben älteren[6,9] die komplexometrischen[5,12,15] und die argentometrischen Methoden[7,10,14] zu erwähnen. SZEKERES u. BAKÁCS-POLGÁR[18] titrieren eine Mischung von Sulfationen und einer Na_2CO_3-Lösung bekannter Konzentration und bekannten Volumens in Gegenwart von Phenolphthalein mit einer $BaCl_2$-Maßlösung.

Nach BAKÁCS-POLGÁR[2] können Sulfationen mit $BaCl_2$-Maßlösung in Gegenwart von Eriochromschwarz T und Magnesiumkomplexonat genau titriert werden.

Tabelle

Vorgelegt		Verbrauchte Milliliter 0,1 m $MgCl_2$-Lösung		KH_2PO_4 gefunden	Abweichung	Verbrauchte Milliliter 0,1 m $BaCl_2$-Lösung		K_2SO_4 gefunden	Abweichung
KH_2PO_4 g	K_2SO_4 g	Einzelwerte	Mittelwert	g	%	Einzelwerte	Mittelwert	g	%
		4,90				4,95			
0,06685	0,08713	4,90	4,91	0,0668	0,00	4,95	4,97	0,0866	− 0,57
		4,93				5,00			
		9,88				1,03			
0,1351	0,0174	9,88	9,87	0,1343	− 0,59	1,05	1,03	0,01795	+ 3,16
		9,86				1,00			
		9,85				2,95			
0,1351	0,05105	9,85	9,87	0,1343	− 0,59	3,03	2,98	0,0519	+ 1,56
		9,90				2,95			
		9,88				5,00			
0,1351	0,08713	9,88	9,88	0,1345	− 0,44	5,00	5,02	0,08748	+ 0,40
		9,88				5,05			
		9,88				9,90			
0,1351	0,1730	9,88	9,89	0,1346	− 0,37	9,88	9,90	0,1725	− 0,28
		9,90				9,93			
		0,98				9,90			
0,0136	0,1730	0,98	0,99	0,0136	0,00	9,88	9,89	0,1724	− 0,34
		1,00				9,88			
		2,93				9,90			
0,0399	0,1730	2,95	2,94	0,0400	+ 0,25	9,85	9,88	0,1722	− 0,45
		2,95				9,90			
		4,90				9,93			
0,06685	0,1730	4,90	4,91	0,0668	0,00	9,93	9,92	0,1729	− 0,06
		4,93				9,90			

Zur volumetrischen Bestimmung der Phosphationen sind nur wenig Verfahren bekannt. Von diesen ist die indirekte komplexometrische Methode von HUDITZ, FLASCHKA u. PETZOLD[8] zu erwähnen. BAKÁCS-POLGÁR[3] titriert die Phosphationen in Gegenwart von Eriochromschwarz T mit $MgSO_4$-Lösung.

Da bei diesem Verfahren die Gegenwart der Sulfationen nicht stört, empfehlen wir unter Einbeziehung der oben erwähnten Sulfatbestimmungsmethode von Bakács-Polgár[2] die folgende volumetrische Methode zur Bestimmung der Phosphat- und Sulfationen nebeneinander.

Man arbeitet in wäßrig-alkoholigem Medium von p_H 10 in Gegenwart von Eriochromschwarz T als Indicator. Zunächst werden die Phosphationen nach Bakács-Polgár[3] mit einer $MgCl_2$-Lösung titriert, wobei das Phosphat als $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ ausfällt,. Der erste überschüssige Tropfen $MgCl_2$-Maßlösung wird durch die rötlichviolette Farbe des Indicators angezeigt. Anschließend wird mittels einiger Tropfen ÄDTA-Lösung die ursprüngliche blaue Farbe des Eriochromschwarz T -Indicators wiederhergestellt, worauf man die Sulfationen mit einer $BaCl_2$-Maßlösung titriert. Im Endpunkt verdrängen die Ba^{2+}-Ionen — da die Sulfationen bereits als $BaSO_4$ ausgefällt sind — die Mg^{2+}-Ionen aus dem Mg-komplexonat, was der Indicator mit rötlichvioletter Farbe anzeigt.

Aus der Tabelle ist zu entnehmen, daß Sulfat- und Phosphationen in sehr verschiedenen Mengenverhältnissen nach dem beschriebenen Verfahren zuverlässig bestimmt werden können.

Von den häufig vorkommenden Anionen stören kleine Mengen Chlorid und Nitrat die Bestimmungen nicht. Die Carbonationen werden durch Auskochen mit Säure entfernt. Viele Metallionen können mit ÄDTA maskiert werden; der ÄDTA-Überschuß wird mit $MgCl_2$-Lösung titriert. Nach Zusatz von Alkohol bestimmt man die Phosphationen wie oben angegeben. Das Verfahren eignet sich besonders gut zur Untersuchung von Superphosphat und anderen phosphathaltigen Industrieprodukten. Bei der Untersuchung von Phosphatmineralien kann unsere zur Titration der Arsenationen empfohlene Fällungsmethode sinngemäß verwendet werden[4]. Über die Untersuchung verschiedener Phosphate soll später ausführlich berichtet werden.

Arbeitsvorschrift

Benötigte Lösungen und Reagentien. 0,1 m $MgCl_2$-Maßlösung wird durch Auflösung von MgO in Salzsäure hergestellt. Der Titer der Lösung kann komplexometrisch bestimmt werden.

0,1 m $BaCl_2$ Lösung.

Die Pufferlösung enthält 50 g NH_4Cl und 400 ml konz. NH_4OH-Lösung im Liter.

Indicator: Eriochromschwarz T wird mit KCl 1:100 innig vermengt (vorher fein zerrieben).

Verfahren. Die 0,01—0,10 g Phosphat- bzw. 0,01—0,10 g Sulfationen enthaltende Probe der Alkalisalze wird in 5—10 ml Wasser gelöst und mit 1—2 ml Pufferlösung und so viel Äthanol versetzt, daß die Lösung 15—20% davon enthält. Nach Zusatz von 0,015—0,020 g Eriochromschwarz T-Indicator und 1 Tropfen 1%iger alkoholischer Methylrotlösung[6a,9a] titriert man die Phosphationen mit 0,1 m $MgCl_2$-Maßlösung, so daß man nach Hinzufügen des ersten Teiles der Maßlösung (50—75% des zu erwartenden Verbrauches) schüttelt, bis der Niederschlag ausfällt, was ungefähr binnen 1 min geschieht. Zugleich wird die Lösung grünlich-

blau gefärbt. Die späteren Niederschlagsmengen bilden sich augenblicklich und die Titration kann mit der üblichen Geschwindigkeit unter lebhaftem Schütteln des Kolbens bis zur bleibenden rötlichvioletten Farbe fortgesetzt werden. Der Farbumschlag ist recht gut zu erkennen. Die titrierte Lösung wird mit soviel Tropfen 0,1 m ÄDTA-Lösung versetzt, daß die grünlichblaue Farbe zurückkehrt. Zweckmäßig werden 1—2 Tropfen der ÄDTA- im Überschuß zugefügt. Dieser Überschuß wird vom Gesamtverbrauch der Maßlösung abgerechnet. (Ein zu geringer ÄDTA-Zusatz führt zu einem Farbumschlag vor dem Äquivalenzpunkt.) Nun fügt man soviel Äthanol zu, daß die Lösung im Äquivalenzpunkt 40% davon enthält, und titriert mit 0,1 m $BaCl_2$-Maßlösung unter fortwährendem Umschütteln. Das Tempo kann bis in die Nähe des Äquivalenzpunktes schnell sein. Die letzten Tropfen werden langsam hinzugefügt, bis wieder eine bleibende rötlichviolette Farbe erscheint.

Bemerkungen

Von der NH_4OH-NH_4Cl-Pufferlösung benötigt man verhältnismäßig große Mengen, weil ein Teil der NH_4-Ionen zur Bildung des $MgNH_4PO_4$-Niederschlages verbraucht wird. Für 5 ml 0,1 m KH_2PO_4-Lösung muß 1 ml, für 10 ml 0,1 m KH_2PO_4-Lösung müssen 2 ml Pufferlösung angewendet werden. Ist während der Titration die blaue Farbe des Eriochromschwarz T-Indicators nicht genügend ausgeprägt, so ist zu wenig Pufferlösung vorhanden.

Die Schärfe des Farbumschlages bei der Phosphattitration wird auch durch die Gegenwart der zehnfachen Menge Sulfation nicht beeinträchtigt.

Die Zugabe einer genügenden Menge ÄDTA-Lösung vor der Sulfattitration ist wichtig, weil bei zu geringer ÄDTA-Menge (oder zu niedriger Alkoholkonzentration) die Ba^{2+}-Ionen vor dem Endpunkt Mg^{2+}-Ionen aus dem Mg-Komplexonat verdrängen und dadurch den Endpunkt unsicher und die Titration unzuverlässig machen.

Zusammenfassung

Zur Bestimmung von Phosphat- und Sulfationen nebeneinander können die Methoden von Bakács-Polgár[2,3] dienen. Man titriert zunächst die Phosphationen in wäßrig-alkoholischer Lösung in Gegenwart von NH_4OH-NH_4Cl-Pufferlösung (p_H 10) mit $MgCl_2$-Maßlösung bis zum Farbumschlag des Eriochromschwarz T-Indicators von Grünlichblau nach Rotviolett. Nach der Titration stellt man die blaue Farbe der Lösung durch Zugabe einiger Tropfen ÄDTA-Lösung wieder her und titriert die Sulfationen mit $BaCl_2$-Maßlösung bis zum neuerlichen Farbumschlag des Indicators nach Rotviolett. Im Äquivalenzpunkt befreien die Ba^{2+}-Ionen Mg^{2+}-Ionen aus dem Mg-Komplexonat, was der Indicator mit rötlichvioletter Farbe anzeigt.

Literatur

[1] Andrews, L. W.: J. Amer. chem. Soc. **11**, 567 (1889); vgl. diese Z. **29**, 684 (1890). — [2] Bakács-Polgár, E.: Magyar Kémiai Folyóirat **61**, 48 (1955); vgl. diese Z. **148**, 229 (1955/56). — [3] Bakács-Polgár, E.: Magyar Kémiai Folyóirat **60**, 229 (1954); vgl. diese Z. **147**, 123 (1955). — [4] Bakács-Polgár, E., L. Szekeres u. B. Láng: diese Z. **158**, 14 (1957). — [5] Biedermann, W., u. G. Schwarzenbach: Chimia (Zürich) **2**, 56 (1948). — [6] Gawalowski, A.: diese Z. **27**, 152 (1888). — [6a] Hol, J.: Chem. Weekbl. **50**, 21 (1954); vgl. diese Z. **143**, 205 (1954). — [7] Holleman, A. F.: Recueil Trav. chim. Pays-Bas. **12**, 1 (1893). — [8] Huditz, F., H. Flaschka u. J. Petzold: diese Z. **135**, 333 (1952). — [9] Jellinek, K., u.

J. Czerwinski: Z. anorg. allg. Chem. **130**, 253 (1923); vgl. diese Z. **63**, 464 (1923). — [9a] Kimbel, K.-H.: Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **293**, 273 (1953); vgl. diese Z. **143**, 209 (1954). — [10] Kolthoff, I. M.: Pharmac. Weekbl. **59**, 205 (1922); vgl. diese Z. **64**, 280 (1924). — [11] Levol: J. prakt. Chem. **60**, 384 (1853). — [12] Manns, T. J., M. U. Rechovsky u. A. J. Corta: Analyt. Chemistry **24**, 908 (1952); vgl. diese Z. **137**, 455 (1952/53). — [13] Mindalew, Z.: diese Z. **75**, 392 (1928). — [14] Mohr, Fr.: Titriermethoden, 1. Aufl. **2**, 89. — [15] Munger, J. R., R. W. Nippler u. R. S. Ingols: Analyt. Chemistry **22**, 1455 (1950); vgl. diese Z. **134**, 392 (1951/1952). — [16] Raschig, F.: Z. angew. Chem. **16**, 617, 818 (1903); vgl. diese Z. **43**, 113 (1904). — [17] Strebinger, R., u. L. v. Zombory: diese Z. **79**, 1 (1930). — [18] Szekeres, L., u. E. Bakács-Polgár: Magyar Kémiai Folyóirat **61**, 298 (1955); vgl. diese Z. **152**, 361 (1956).

Prof. Dr. L. Szekeres, Budapest VII., Peterdy u. 12 (Ungarn)

Aus dem Institut für Allgemeine Chemie der Technischen Universität Budapest

Titrationen mit Wasserstoffperoxyd- und Natriumhypobromitmaßlösungen

Von

L. Erdey und J. Inczédy

(Eingegangen am 11. November 1958)

Vor einigen Jahren wiesen L. Erdey u. I. Buzás[2] auf die vorteilhaften analytischen Anwendungsmöglichkeiten der in alkalischen Lösungen verlaufenden Redoxreaktionen hin und bemerkten, daß dieses Gebiet wegen Mangels an geeigneten Indicatoren bisher vernachlässigt worden wäre.

Wir haben nun im Nickelhydroxyd einen Stoff gefunden, der bei Titrationen mit Wasserstoffperoxyd- bzw. Hypobromitlösungen recht günstige Indicatoreigenschaften aufweist. Durch Hypobromit in alkalischer Lösung wird das schwach grüne, fast farblose Nickel(II)-hydroxyd in schwarzes Nickel(III)-hydroxyd übergeführt. Titriert man die Hypobromitlösung mit Wasserstoffperoxydmaßlösung, so wird der schwarze Niederschlag durch den ersten überschüssigen Tropfen der Maßlösung nahezu entfärbt. Diese Endpunktsindikation ist reversibel, da auf Zugabe von Natriumhypobromitlösung die schwarze Farbe des Niederschlages wieder erscheint. Theoretische Überlegungen zeigen, daß das Verfahren frei von einem Indicatorfehler ist; das Verschwinden der schwarzen Farbe erfolgt genau im Äquivalenzpunkt. (Über die Kinetik der Reaktion zwischen Wasserstoffperoxyd und Hypobromit vgl. [3].) Die maßanalytische Hypobromitbestimmung ist sowohl mit 0,1 n als auch mit 0,01 n Lösungen gut durchführbar. Das Verfahren läßt sich auch zur indirekten maßanalytischen Bestimmung von Sulfid- und Ammoniumionen heranziehen. In beiden Fällen ist das Äquivalentgewicht der zu bestimmenden Ionen wesentlich geringer als bei den üblichen Bestimmungsmethoden.

Mit Hilfe des Nickelhydroxydindicators lassen sich auch Hypochloritionen mit Wasserstoffperoxydmaßlösung direkt titrieren.

Mit Natriumhypobromitmaßlösung unter Verwendung von Nickelhydroxyd als Indicator können Sulfid-, Thiosulfat-, Arsenit- und Sulfitionen titriert werden. Das Titrationsende wird hier durch Graufärbung des ursprünglich nahezu farblosen Niederschlages angezeigt. Um die Graufärbung zu erreichen, ist ein kleiner Überschuß an Maßlösung notwendig, es ist also ein Indicatorfehler in Rechnung zu setzen.

Verwendete Lösungen. Wasserstoffperoxydmaßlösung (etwa 0,1n). 5 ml 30%ige Wasserstoffperoxydlösung werden mit 5 ml 2n Schwefelsäure versetzt und mit in einem Glasapparat destilliertem Wasser auf 1000 ml verdünnt. Der Wirkungswert der Lösung kann durch Titration mit 0,1n Natriumarsenitmaßlösung in Anwesenheit von Lucigenin als Indicator[2] oder durch Titration mit Natriumthiosulfatlösung jodometrisch festgestellt werden. Die Werte der beiden Titerbestimmungen stimmen gut überein. Nach Untersuchungen von L. Erdey u. I. Buzás[2] nimmt der Titer der mit Schwefelsäure schwach angesäuerten 0,1n Wasserstoffperoxydlösung täglich höchstens nur um 0,1% ab, wenn man das zur Bereitung dienende Wasser im Glasapparat destilliert hat.

Natriumhypobromitlösung (etwa 0,1n). Man versetzt 500 ml frisch bereitetes, gesättigtes Bromwasser mit 300 ml 1n Natronlauge und verdünnt mit Wasser auf 1000 ml. Die Titerstellung kann durch Titration mit Natriumarsenitlösung gegen Luminol als Indicator[2] oder nach der üblichen Methode jodometrisch oder auch mit Natriumthiosulfatlösung und Nickelsulfat als Indicator nach S. 416 erfolgen.

Indicatorlösung. 5 g kristallisiertes Nickelsulfat werden in 100 ml Wasser gelöst.

1. Die Bestimmung von Hypobromitionen

Die Reaktion zwischen Hypobromitionen und Wasserstoffperoxyd geht in alkalischer Lösung bei Zimmertemperatur nach folgender Gleichung rasch vor sich:

$$H_2O_2 + OBr^- = Br^- + H_2O + O_2\,.$$

Arbeitsvorschrift. Die zu bestimmende Natriumhypobromitlösung wird mit 3 Tropfen Indicatorlösung versetzt und mit einer 0,1n Wasserstoffperoxydmaßlösung bis zum Verschwinden der schwarzen Farbe des Niederschlages titriert. Es empfiehlt sich, die Maßlösung gegen Ende der Titration tropfenweise unter Umschwenken des Kolbens zuzufügen.

Unsere Meßergebnisse sind in Tab. 1 zusammengefaßt. Wie aus den Daten ersichtlich, beeinflußt die Menge des zugefügten Indicators die Ergebnisse kaum merkbar. Es ist jedoch zweckmäßig, wenig Indicator anzuwenden. Bei einem Titriervolumen von etwa 20—50 ml kann der Endpunkt bei der Anwendung von 3 Tropfen Indicatorlösung gut wahrgenommen werden. Bei höherer Natriumhydroxydkonzentration geht die Reduktion des Indicatorniederschlages langsamer vor sich, was leicht eine Übertitration verursachen kann. Die Titrationsergebnisse stimmen mit den theoretischen Werten gut überein. Bei einem Verbrauch von 20 ml Maßlösung beträgt die Streuung nur etwa $\pm$ 0,1%.

Zur Titration im 0,01 n-Maß haben wir die 0,01 n Lösungen durch genaues Verdünnen der 0,1 n Lösungen hergestellt. In den verdünnten Lösungen muß der Titrierkolben gegen Ende der Titration kräftig geschüttelt werden, da sonst leicht übertitriert wird. Ergebnisse der mit

Tabelle 1

0,1 n NaOBr-Lösung ml	2 n NaOH-Lösung ml	$NiSO_4$-Lösung ml	Verbrauch an 0,1 n H_2O_2-Lösung ml	Abweichung ml	Abweichung %
12,60	—	1 Tropfen	12,58	— 0,02	— 0,2
12,60	—	2 Tropfen	12,62	+ 0,02	+ 0,2
12,60	—	3 Tropfen	12,58	— 0,02	— 0,2
12,60	—	0,5 ml	12,60	± 0,00	± 0,0
12,60	—	1,5 ml	12,66	+ 0,06	+ 0,5
12,60	—	3 Tropfen	12,59	— 0,01	— 0,1
12,60	—	3 Tropfen	12,57	— 0,03	— 0,3
25,20	—	3 Tropfen	25,22	+ 0,02	+ 0,1
25,20	—	3 Tropfen	25,19	— 0,01	— 0,05
6,30	—	3 Tropfen	6,34	+ 0,04	+ 0,7
6,30	—	3 Tropfen	6,33	+ 0,03	+ 0,5
12,60	1	3 Tropfen	12,59	— 0,01	— 0,1
12,60	1	3 Tropfen	12,64	+ 0,04	+ 0,38
12,60	5	3 Tropfen	12,61	+ 0,01	+ 0,1
12,60	5	3 Tropfen	12,66	+ 0,06	+ 0,5
12,60	10	3 Tropfen	12,96	+ 0,36	+ 3,2
12,60	10	3 Tropfen	12,86	+ 0,26	+ 2,2

Tabelle 2

0,01 n NaOBr-Lösung ml	2 n NaOH-Lösung ml	Wasser ml	Verbrauch an H_2O_2-Lösung ml	Abweichung ml	Abweichung %
12,60	—	—	12,66	+ 0,06	+ 0,5
12,60	—	—	12,64	+ 0,04	+ 0,4
6,20	—	—	6,28	+ 0,08	+ 0,7
25,20	—	—	25,22	+ 0,02	+ 0,1
12,60	—	10	12,62	+ 0,02	+ 0,2
12,60	1	9	12,66	+ 0,06	+ 0,5
12,60	5	5	12,92	+ 0,32	+ 2,6
12,60	10	—	13,06	+ 0,46	+ 4,0

0,01 n Lösungen durchgeführten Titrationen sind in Tab. 2 zusammengefaßt. Wenn die Natriumhydroxydkonzentration nicht höher als 1 n ist, ist die Genauigkeit der Bestimmungen befriedigend.

Es ist zu bemerken, daß die umgekehrte Titration, also die Bestimmung des Wasserstoffperoxyds mit Hypobromitmaßlösung in alkalischer Lösung gegen Nickelhydroxyd als Indicator nicht durchgeführt werden

kann, da der Indicatorniederschlag im Laufe der Titration einen Teil des Wasserstoffperoxyds zersetzt, wodurch man nur eine Genauigkeit von etwa 5% erzielen kann.

2. Schwefelbestimmung im Stahl

Sulfidion reagiert mit Hypobromit nach der Gleichung:

$$S^{2-} + 4\,OBr^- = SO_4^{2-} + 4\,Br^-.$$

In einer früheren Mitteilung[2] wurde über die direkte Bestimmung von Sulfidionen mit Natriumhypobromitmaßlösung auf Grund dieser Gleichung gegen Luminol als Indicator berichtet. Dabei wirkt sich der Luftsauerstoff störend aus, weil das Sulfidion in alkalischer Lösung nicht luftbeständig ist. Beim Entwicklungsverfahren der Schwefelbestimmung im Stahl sind aber die durch den Luftsauerstoff verursachten Schwierigkeiten ausgeschaltet, und man kann die Hypobromitmethode mit gutem Erfolg anwenden. Wegen seines kleinen Äquivalentgewichtes kann auch eine geringe Menge Schwefelwasserstoff bequem gemessen werden.

H. H. Willard u. W. E. Cake[8] haben eine Methode zur Schwefelbestimmung im Stahl ausgearbeitet, bei der der entwickelte Schwefelwasserstoff in einer speziellen Vorrichtung absorbiert und der Hypobromitüberschuß jodometrisch gemessen wird. Nach unseren Versuchen läßt sich die Bestimmung auch mit Hilfe des wohlbekannten Schulte-Apparates[7] durchführen. Die in der alkalischen Lösung befindlichen Sulfidionen lassen sich dabei unter Anwendung von Natriumhypobromit- oder Wasserstoffperoxydmaßlösungen rasch und genau bestimmen. Da zu diesem Verfahren sehr wenig Prüfgut genügt, läßt sich die Bestimmung samt dem Blindversuch in etwa 1 Std durchführen. Bei genauem Einhalten der Arbeitsvorschrift stören Phosphorwasserstoff und Kohlenwasserstoffe nicht.

Arbeitsvorschrift. Man bringt etwa 1 g der Stahlprobe (genau gewogen) in den Glaskolben des Schulte-Apparates, spült mit Stickstoff- oder Wasserstoffgas und beschickt das Absorptionsgefäß mit 15—20 ml 2n Natriumhydroxydlösung. Danach läßt man durch den Hahntrichter 25 ml Salzsäure (1 : 1) zufließen. Während des Auflösens, der Schwefelwasserstoffentwicklung und des Siedens wird ein langsamer Gasstrom durch die Apparatur geleitet. Nach vollständigem Auflösen und Auskochen wird auch der Inhalt des Waschkolbens auf übliche Weise ausgekocht. Sodann pipettiert man zu dem Inhalt des Absorptionsgefäßes 25 ml 0,01n Natriumhypobromitlösung und titriert nach Zugabe von 3 Tropfen Nickelsulfatlösung mit 0,01n Wasserstoffperoxydlösung bis zum Verschwinden der schwarzen Farbe des Niederschlages. In derselben Apparatur wird unter den gleichen Umständen ein Blindversuch durchgeführt. 1 ml 0,01n Natriumhypobromitlösung entspricht 0,0401 mg Schwefel.

Das Verfahren liefert reproduzierbare Werte, die mit den Ergebnissen des üblichen jodometrischen Bestimmungsverfahrens gut übereinstimmen (siehe Tab. 3, S. 414).

Tabelle 3

Einwaage Stahlprobe g	Verbrauch an 0,01 n NaOBr-Lösung ml	Verbrauch an 0,01 n H_2O_2-Lösung ml	Schwefel gefunden %	Schwefel jodometrisch gemessen %
1,0212	26,49	18,24	0,0323	0,032
1,1202	26,49	17,60	0,0317	0,032

3. Bestimmung von Ammoniumionen

Das Verfahren beruht auf der bekannten Umsetzung von Ammoniumion mit überschüssiger Hypobromitlösung:

$$2NH_4^+ + 3OBr^- + 2OH^- = N_2 + 3Br^- + 5H_2O.$$

Der Hypobromitüberschuß wird mit Wasserstoffperoxydmaßlösung zurücktitriert.

Die oxydimetrische Bestimmung der Ammoniumionen mit Hypobromitionen ist wiederholt vorgeschlagen worden[1,6]. Die Titration hat nämlich gegenüber den acidimetrischen Verfahren (ohne Destillation) den Vorteil, daß nichtreduzierende Kationen (wie z. B. Alkali- und Erdalkaliionen usw.) nicht stören und daß das Äquivalentgewicht der Ammoniumionen nur ein Drittel des Ionengewichtes beträgt. Nach Untersuchungen von I. M. Kolthoff u. A. Laur[5] verläuft die Reaktion zwischen Hypobromit- und Ammoniumionen nicht eindeutig, vielmehr bildet sich außer Stickstoff auch eine geringe Menge von Stickstoffoxyd. D. Kőszegi u. É. Salgó[4] haben jedoch mit dem von ihnen modifizierten Verfahren gut reproduzierbare Ergebnisse erzielt. Sie erzeugen das Hypobromit während der Bestimmung aus Kaliumbromatmaßlösung.

Zur Schnell- oder Betriebskontrolle, wobei ein 1%iger Fehler noch zulässig ist, läßt sich die Ammoniumbestimmung unter Anwendung von Hypobromitlösung durch Rücktitration mit Wasserstoffperoxydmaßlösung mit gutem Erfolg anwenden. Zur Erlangung von guten Ergebnissen ist es dabei wichtig, die Hypobromitmaßlösung in genügend großem Überschuß anzuwenden.

Tabelle 4

0,1 n NaOBr-Lösung ml	0,1 m NH_4Cl-Lösung ml	Verbrauch an 0,1 n H_2O_2-Lösung ml	0,1 m NH_4Cl-Lösung gefunden ml	Abweichung %
31,20	2	25,10	2,03	+ 1,5
31,20	2	25,16	2,01	+ 0,5
31,20	5	16,20	5,00	± 0,0
31,20	5	16,10	5,03	± 0,6

Arbeitsvorschrift. Eine bekannte Menge der ammoniumsalzhaltigen, beinahe neutralen Lösung, wird unter ständigem Schütteln mit einer bekannten Menge überschüssiger 0,1 n Natriumhypobromitmaßlösung versetzt. Die Menge der

zugefügten Hypobromitlösung muß mindestens das Doppelte des zu erwartenden Maßlösungsverbrauches betragen. Nach Ablauf von 5 min versetzt man mit 3 Tropfen Nickelsulfatlösung und titriert den unverbrauchten Hypobromitrest mit 0,1 n Wasserstoffperoxydlösung zurück. 1 ml 0,1 n Natriumhypobromitlösung entspricht 0,601 mg NH_4^+-Ion. Die Genauigkeit des Verfahrens läßt sich aus den Angaben der Tab. 4 beurteilen.

4. Bestimmung von Hypochloritionen

In Anwesenheit einer genügenden Menge Kaliumbromid kann auch Hypochlorit mit Wasserstoffperoxydmaßlösung direkt titriert werden.

Arbeitsvorschrift. 20 ml ungefähr 0,1 n Hypochloritlösung werden mit 5 g festem Kaliumbromid versetzt. 5 min nach der vollständigen Auflösung des Kaliumbromids wird die Lösung mit 3 Tropfen Nickelsulfatlösung versetzt und mit 0,1 n Wasserstoffperoxydmaßlösung titriert. Gegen Ende der Umsetzung erwärmt man die zu untersuchende Lösung auf etwa 80° C und läßt die Maßlösung bis zum Verschwinden der schwarzen Farbe des Indicatorniederschlages tropfenweise zufließen. 1 ml 0,1 n Wasserstoffperoxydlösung entspricht 2,5723 mg ClO^--Ion.

Wir wandten das Verfahren auf eine Hypochloritlösung an, die durch Verdünnen der handelsüblichen Lösung bereitet war und deren Titer jodometrisch bestimmt wurde. Die Titrationen wurden außer mit Nickelsulfat auch mit Lucigenin[2] als Indicator durchgeführt. Wie man aus Tab. 5 erkennt, liefert der Nickelsulfatindicator wegen des verzögerten Farbumschlags nicht so genau und so gut reproduzierbare Werte wie der Lucigenin-indicator.

Tabelle 5

0,1 n NaOCl-Lösung	Titration in Anwesenheit von Lucigenin als Indicator			Titration in Anwesenheit von 5 g KBr und $NiSO_4$ als Indicator		
	Verbrauch an 0,1 n H_2O_2-Lösung	Abweichung		Verbrauch an 0,1 n H_2O_2-Lösung	Abweichung	
ml	ml	ml	%	ml	ml	%
6,50	6,52	+ 0,02	+ 0,3	6,57	+ 0,07	+ 1,1
6,50	6,50	± 0,0	± 0,0	6,71	+ 0,21	+ 3,2
6,50	6,51	+ 0,01	+ 0,15	6,62	+ 0,12	+ 1,8
13,00	13,02	+ 0,02	+ 0,15	13,22	+ 0,22	+ 1,7

5. Bestimmung von Arsenit-, Sulfid-, Sulfit- und Thiosulfationen

Das Titrationsverfahren mit Hypobromitlösung in Anwesenheit von Nickelhydroxyd als Indicator eignet sich nach unseren Versuchen zur direkten Bestimmung von AsO_3^{3-}-, S^{2-}-, SO_3^{2-}- und $S_2O_3^{2-}$-Ionen. Die Bestimmung von Rhodanid- und Cyanidionen führt dagegen wegen der Langsamkeit der entsprechenden Reaktionen zu ungenauen Ergebnissen. Das Titrationsende wird bei den hier in Betracht kommenden Bestimmungen durch die Graufärbung des ursprünglich schwach grünen, beinahe farblosen Nickelhydroxydniederschlags angezeigt. Es ist ein gewisser Überschuß an Oxydationsmittel notwendig, um eine sichtbare Farbänderung des Indicators zu erreichen. Der Überschuß beträgt unter

den Bedingungen der Arbeitsvorschrift etwa 2—3 Tropfen 0,1 n Hypobromitlösung, die vom Gesamtverbrauch abzuziehen sind. Um die Oxydation des Nickel(II)-hydroxyds durch die in der Nähe des Endpunktes sehr kleine Hypobromitkonzentration zu beschleunigen, empfiehlt es sich, die zu untersuchende Lösung gegen Ende der Titration zu erwärmen.

Arbeitsvorschrift. Zur Bestimmung von Sulfid- und Thiosulfationen versetzt man 2 ml einer etwa 0,1 m Na_2S- oder $Na_2S_2O_3$-Lösung mit 10 ml 1 n Natronlauge. Zur Bestimmung von Sulfit- und Arsenitionen verwendet man 10 ml der etwa 0,1 m Lösungen von Na_2SO_3 bzw. $NaAsO_2$ und fügt 1 ml 1 n Natronlauge zu. In allen Fällen beträgt der Indicatorzusatz 6—8 Tropfen Nickelsulfatlösung. Zur Titration dient die nach S. 411. bereitete und eingestellte Natriumhypobromitmaßlösung. Gegen Ende der Titration erwärmt man die zu untersuchende Lösung auf etwa 80° C und läßt die Maßlösung unter kräftigem Schütteln des Kolbens bis zum Grauwerden des Niederschlags zufließen. Nach Abzug der Indicatorkorrektur entspricht 1 ml verbrauchter 0,1 m Maßlösung 0,401 mg S^{2-}, 1,402 mg $S_2O_3^{2-}$, 4,003 mg SO_3^{2-} bzw. 6,145 mg AsO_2^-.

Tabelle 6

Angewandte Lösungen ml	Verbrauch an 0,1 n NaOBr-Lösung ml	Abweichung ml	Abweichung %
1/20 m Natriumarsenit			
10	10,30	+ 0,30	+ 3,0
10	10,10	+ 0,10	+ 1,0
20	20,22	+ 0,22	+ 1,1
20	20,28	+ 0,28	+ 1,4
1/20 m Natriumsulfit			
6,95	6,86	— 0,09	— 1,3
6,95	6,90	— 0,05	— 0,7
13,90	14,20	+ 0,30	+ 2,1
1/80 m Natriumsulfid			
6,69	6,57	— 0,12	— 1,8
6,69	6,71	+ 0,12	+ 1,8
13,38	13,36	— 0,02	— 0,15
1/80 m Natriumthiosulfat			
8,01	8,05	+ 0,04	+ 0,5
16,02	15,93	— 0,09	— 0,6
16,02	15,87	— 0,15	— 0,9

Tab. 6 enthält die Ergebnisse einiger von uns durchgeführten Titrationen, verglichen mit den jodometrisch festgestellten Gehalten der untersuchten Lösungen.

Zusammenfassung

Es wird gezeigt, daß der Nickelhydroxydniederschlag mit gutem Erfolg zur Endpunktsanzeige gewisser Redoxtitrationen verwendet werden kann. Unter Anwendung dieses Indicators lassen sich Hypobromit- und

Hypochloritionen mit Wasserstoffperoxydmaßlösung direkt titrieren. Im Äquivalenzpunkt zeigt der Indicator einen Farbumschlag von Schwarz nach Hellgrün bis nahezu Farblos. Der Farbumschlag ist reversibel. Auf indirekte Weise läßt sich die Methode auch zur Schwefelbestimmung im Stahl und zur maßanalytischen Bestimmung der Ammoniumionen anwenden. Arsenit-, Sulfid-, Thiosulfat- und Sulfitionen können mit Hypobromitmaßlösung in Anwesenheit von Nickelhydroxyd als Indicator titriert werden. In diesen Fällen ist eine Indicatorkorrektur in Rechnung zu setzen.

Literatur

[1] Artmann, P., u. A. Skrabal: diese Z. **46**, 5 (1907). — [2] Erdey, L., u. I. Buzás: Acta chim. Acad. Sci. hung. **6**, 77, 93, 115, 123, 127 (1955); vgl. diese Z. **149**, 131 bis 133 (1956). — [3] Erdey, L., u. J. Inczédy: Acta chim. Acad. Sci. hung. **11**, 125 (1957). — [4] Kőszegi, D., u. É. Salgó: Magyar Kémiai Folyóirat **60**, 301 (1954); vgl. diese Z. **154**, 282 (1957). — [5] Kolthoff, I. M., u. A. Laur: diese Z. **73**, 177 (1928). — [6] Rupp, E., u. E. Rossler: Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **243**, 104 (1905); vgl. auch diese Z. **46**, 17 (1907). — [7] Schulte, W.: Stahl u. Eisen **26**, 985 (1906); vgl. diese Z. **46**, 32 (1907). — [8] Willard, H. H., u. W. E. Cake: J. Amer. chem. Soc. **43**, 1610 (1921).

Prof. Dr. L. Erdey, Budapest XI., Gellért tér 4 (Ungarn)

Aus dem Max-Planck-Institut für Chemie, Mainz

Über die Fällungsbedingungen von Spurenmengen Plutonium mit Mandelsäure als Fällungsreagens

Von

E. Merz

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 11. November 1958)

Mandelsäure wurde als selektives Fällungsreagens für Zirkonium von Kumins[4] aufgefunden und von diesem Autor in die chemische Analyse eingeführt. Später wurden weitere Glykolsäurederivate auf ihre Brauchbarkeit zur Fällung des Zirkoniums untersucht, wobei besonders die p-Brommandelsäure recht gute Resultate zeigte[6]. Sehr vorteilhaft hat sich diese Verbindung weiterhin zur fraktionierten Fällung der Seltenen Erden sowie des vierwertigen Plutoniums mit Zirkonium erwiesen. Diese Resultate ließen erhoffen, daß sich Plutonium unter den Bedingungen, wie sie für die genannten Elemente bekannt sind, auch mit Mandel- bzw. p-Brommandelsäure fällen lassen würde.

Zu den Versuchen standen nur praktisch unwägbare Mengen von Plutonium-239 (α-Strahler mit $2{,}4 \cdot 10^4$ a Halbwertszeit) zur Verfügung. Als Träger für dreiwertiges Plutonium wurde meist Ytterbium, seltener

auch Samarium verwendet; für das vierwertige Plutonium diente in allen Fällen Zirkonium. Die quantitative Bestimmung der kleinen Plutoniummengen erfolgte durch die Messung der α-Aktivität des ^{239}Pu in einem 2π Methan-Durchflußzähler.

Zur Herstellung der Meßpräparate wurde das Plutonium immer unter genau identischen Bedingungen zusammen mit (etwa 2—3 mg) Lanthan- bzw. Ytterbium-Träger als Fluorid gefällt, die getrockneten Präparate wurden in kleinen Meßschälchen zur Zählung gebracht.

Bei den mit Mandelsäure gefällten Niederschlägen mit Zirkonium (Pu^{IV}) und Seltenen Erden (Pu^{III}) handelt es sich wahrscheinlich um keine einfachen Salze, vielmehr scheinen sich innerkomplexe Verbindungen zu bilden, über deren Konstitution allerdings noch nicht allzuviel bekannt ist. Von Feigl wurde für das Zirkoniumtetramandelat eine Chelatstruktur postuliert[1]. Die Aufklärung der Strukturen der verschiedenen Zirkoniummandelate ist auch Gegenstand einer erst kürzlich erschienenen Arbeit von Kapoor u. Mehrotra[3].

Fällung von Plutonium(III) mit Mandel- und p-Brommandelsäure

In wäßrigen Lösungen liegt das dreiwertige Plutonium analog den dreiwertigen Seltenen Erden vorwiegend als Pu^{3+}-Ion vor.

Da bekannt ist, daß Seltene Erdelemente mit Mandelsäure schwerlösliche Verbindungen bilden, deren Löslichkeiten vom p_H-Wert der Lösungen abhängig sind[7], war anzunehmen, daß auch dreiwertiges Plutonium unter geeigneten Bedingungen mit Mandel- bzw. p-Brommandelsäure aus seinen Lösungen ausgefällt werden würde.

Zu den Versuchen wurden jeweils 0,01 μg ^{239}Pu und 3 mg Yb-Träger verwendet. (Ytterbium wurde als Träger genommen, weil das Mandelat dieses Elements — als eines der am schwächsten basischen Glieder der Lanthaniden-Elemente — die geringste Löslichkeit zeigt.)

Durch Zusatz von $NH_2OH \cdot HCl$ wurde alles Plutonium zur dritten Wertigkeitsstufe reduziert. Dann wurden die Lösungen 0,05 m an Mandelsäure gemacht (Gesamtvolumen 20 ml), auf bestimmte p_H-Werte eingestellt und $^1/_2$ Std bis nahe zum Sieden erhitzt. Nach dem Stehen über Nacht wurden die Niederschläge abfiltriert und die ^{239}Pu-Aktivitäten im Filtrat und Niederschlag über eine Fluoridfällung mit gleichen Yb-Trägermengen gemessen. Aus der Aktivitätsverteilung in beiden Anteilen konnte die mit dem Reagens gefällte Plutoniummenge berechnet werden.

Die Mitfällung von Pu^{III} an Yb-Träger mit Mandelsäure in Abhängigkeit vom p_H-Wert zeigt Abb. 1*.

* Es sei hier darauf hingewiesen, daß bei fast allen bisher durchgeführten Tracer-Experimenten an Plutonium nur etwa 90%ige Fällungsausbeuten erzielt wurden, obgleich die Fällungsreaktionen bei Verwendung wägbarer Pu-Mengen praktisch 100%ig verlaufen[5].

Entsprechende Untersuchungen wurden mit einer alkoholischen Lösung von p-Brommandelsäure als Fällungsreagens gemacht. Die gemessene Kurve zeigt einen ganz ähnlichen Verlauf.

Bei p_H-Werten über 5,5 erhält man neben den Mandelsäure- bzw. p-Brommandelsäureverbindungen immer mehr Hydroxyd, bis der Niederschlag schließlich ab p_H 8 nur noch aus reinem Hydroxyd besteht. Unterhalb p_H 5 fällt jedoch kein Hydroxyd aus. Ytterbium fällt unter den gewählten Bedingungen schon ab p_H 1 mit beiden Fällungsreagentien praktisch quantitativ aus. Bei Verwendung von Samarium an Stelle von Ytterbium als Träger wird ab p_H 2,5 das Pu^{III} zu etwa 90% ausgefällt, obgleich die Fällung von Samarium mit Mandel- und p-Brommandelsäure erst von diesem p_H-Wert ab quantitativ erfolgt.

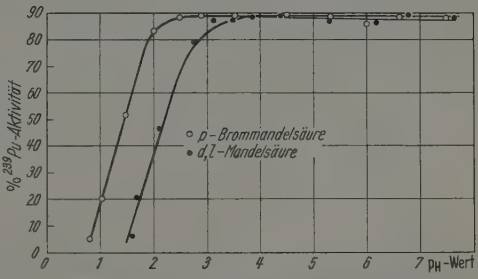

Abb. 1. Mitfällung von Pu^{III} an Yb-Träger mit Mandelsäure und p-Brommandelsäure in Abhängigkeit vom p_H-Wert

Fällung von Plutonium(IV) mit Mandelsäure bzw. p-Brommandelsäure

Das vierwertige Plutonium zeigt in seinen chemischen Eigenschaften eine sehr nahe Verwandtschaft zum vierwertigen Cer und Uran. Eine gewisse Beziehung besteht auch zu den 4wertigen Elementen Zirkonium und Thorium. So ist bekannt, daß bei der Fällung mehrerer schwerlöslicher Zr-Verbindungen die in diesen Lösungen vorhandenen 4wertigen Pu-Mengen (auch in Spurenkonzentrationen) quantitativ mitgefällt werden[2].

Es lag daher nahe, die Mandelsäure und deren Bromderivat als Fällungsreagens für Plutonium(IV) auszuprobieren. In den Experimenten wurde festgestellt, in welchem p_H-Bereich die Mandelsäure- bzw. p-Brommandelsäureverbindung des Zirkoniums als Träger für Spurenmengen von 4wertigem Plutonium verwendet werden kann.

Die Lösungen enthielten in 20 ml jeweils 0,01 μg Pu, 2 mg Zr- und 2 mg La-Träger. Mit $NaNO_2$ wurde das Plutonium in die 4wertige Stufe oxydiert. Dann wurden die Lösungen 0,05 m an dem entsprechenden Fällungsreagens gemacht und die gebildeten Niederschläge durch Zentrifugieren von den Lösungen getrennt.

Der Plutoniumgehalt im Filtrat und Niederschlag wurde wieder durch die Messung der ^{239}Pu-Aktivität ermittelt. Die Fällungen wurden aus

salz- und salpetersauren Lösungen ausgeführt, die hierbei erzielten Resultate zeigt Tab. 1.

Tabelle 1. *Mitfällung von Pu^{IV} an Zr-Träger mit Mandel- und p-Brommandelsäure in Abhängigkeit vom p_H-Wert*

Normalität der Säure	Prozente Plutonium(IV) gefällt mit			
	p-Brommandelsäure		D,L-Mandelsäure	
	HCl	HNO_3	HCl	HNO_3
5,0	49	0	22	0
2,0	64	42	45	13
1,5	83	62	69	41
1,0	87	85	82	75
0,1	90	87	88	80
0,01	89	88	86	87

Die Ergebnisse lassen erkennen, daß das 4wertige Plutonium am vorteilhaftesten aus etwa 0,5—1 n salzsauren Lösungen auszufällen ist. Die p-Brommandelsäure ist der Mandelsäure überlegen. Salpetersäure in höheren Konzentrationen verhindert die Mitfällung von Plutonium(IV) erheblich.

Löslichkeit der Mandelsäureverbindungen in organischen Lösungsmitteln

Bei den mit Mandelsäure und p-Brommandelsäure erzielten Niederschlägen mit dreiwertigen Seltenen Erden (Pu^{III}) und Zirkonium (Pu^{IV}) handelt es sich mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit um Chelatverbindungen. Viele Metallchelate zeichnen sich durch eine gute Löslichkeit in verschiedenen organischen Lösungsmitteln aus und eröffnen dadurch vielfach gute analytische Trennmöglichkeiten. Es wurde deshalb versucht, ein geeignetes Lösungsmittel zu finden, in welchem diese Pu-Chelate löslich und damit extrahierbar sind. Als Extraktionsmittel wurden versucht: Äther, Äthanol, Schwefelkohlenstoff, Tetrachlorkohlenstoff, Chloroform, Amylacetat, Benzol, Decalin und Dioxan.

Eine nachweisbare Löslichkeit in diesen aufgezählten Lösungsmitteln konnte aber weder in salzsauren, noch in salpetersauren oder perchlorsauren Pu-Lösungen der verschiedenen p_H-Werte festgestellt werden. Die Versuche wurden einmal mit Zirkonium- bzw. Ytterbiummandelaten allein durchgeführt, dann mit den Mandelaten zusammen mit drei- oder vierwertigem Plutonium und schließlich auch mit (sehr kleinen) Plutoniummengen ohne Träger.

Trennversuche Plutonium-Uran

Vierwertiges Plutonium wird von Mandelsäure und noch besser von p-Brommandelsäure bereits aus 1 n salzsauren Lösungen praktisch quantitativ ausgefällt. Dagegen geben sechswertige Uranylionen mit beiden Fällungsreagentien in sauren Lösungen keine schwerlöslichen Nieder-

schläge. Erst bei p_H-Werten über 3,5 fällt aus uranhaltigen Lösungen ein gelber Niederschlag aus, welcher aber nicht aus der entsprechenden Mandelsäureverbindung, sondern aus Uranat besteht.

Es ist deshalb prinzipiell möglich, Plutonium niederer Wertigkeit aus schwach sauren Lösungen durch Fällung mit Mandelsäure oder besser mit p-Brommandelsäure vom Uran abzutrennen. Entsprechende Versuche ergeben nur mit p-Brommandelsäure befriedigende Ergebnisse. Mit Mandelsäure entsteht der Zirkonium (Pu^{IV})-Niederschlag nur sehr langsam, auch wird hier das Pu^{IV} nur unvollständig mitgenommen. Mit p-Brommandelsäure hingegen wird das Zirkonium fast quantitativ gefällt; der Niederschlag enthält das Pu^{IV} zu 80—90%. Der ausgefällte Niederschlag ist praktisch frei von Uran. Der p-Brommandelsäureniederschlag läßt sich leicht verglühen, wobei die reinen Oxyde zurückbleiben und weiter verarbeitet werden können.

Tab. 2 zeigt zwei Beispiele einer Trennung.

Tabelle 2. *Die Trennung von Spurenmengen Plutonium vom Uran durch Fällung mit Mandel- und p-Brommandelsäure aus schwach salzsaurer Lösung*

	Fällung mit	
	Mandelsäure	p-Brommandelsäure
Säurekonzentration	0,5n HCl	0,4n HCl
Urankonzentration	500 mg UO_2Cl_2/100 ml	500 mg UO_2Cl_2/100 ml
Plutonium(IV)-konzentration	0,02 μg Pu/100 ml	0,02 μg Pu/100 ml
Prozente Pu im Mandelsäureniederschlag*	84	51
Dekontaminationsfaktor des Niederschlags für Uran. . .	> 400	etwa 380

* Gefällt mit 2 mg Zr-Träger.

Es darf mit ziemlicher Sicherheit angenommen werden, daß die hier für Spurenmengen Plutonium aufgefundenen Resultate auch für wägbare Pu-Mengen ihre Gültigkeit haben werden. Einen besonderen Vorteil bedeutet jedenfalls die angezeigte Möglichkeit einer raschen Entscheidung über das Vorliegen der verschiedenen Pu-Wertigkeitsstufen. Experimente mit wägbaren Pu-Quantitäten konnten wir bisher nicht durchführen.

Zusammenfassung

Mandelsäure und deren Derivat, die p-Brommandelsäure, sind als geeignete Fällungsreagentien für drei- und vierwertige Plutoniumionen aufgefunden worden. Plutonium(III) wird von beiden Reagentien aus sehr schwach sauren Lösungen zusammen mit Ytterbiumträger ausgefällt. Vierwertiges Plutonium dagegen wird auch aus mäßig stark sauren Lösungen mit Zirkoniumträger praktisch vollständig gefällt, während das

dreiwertige in Lösung bleibt. Unter diesen Bedingungen wird Plutonium(VI) weder aus neutraler noch aus saurer Lösung mitgenommen. Das neue Reagens ist somit gut geeignet, um bestimmte Wertigkeitsstufen des Plutoniums voneinander abzutrennen. Außerdem gelingt es, bei Fällung aus schwach sauren Lösungen eine Abtrennung des in vierwertiger Form vorliegenden Plutoniums vom Uran vorzunehmen. In bezug auf Geschwindigkeit und Vollständigkeit der Ausfällung erweist sich dabei die p-Brommandelsäure der D,L-Mandelsäure überlegen.

Herrn Prof. Dr. W. Herr danke ich für wertvolle Ratschläge und sein stetes Interesse an der Untersuchung. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Bundesministerium für Atomkernenergie und Wasserwirtschaft sei für die Überlassung von Geräten gedankt.

Literatur

[1] Feigl, F.: Chemistry of Specific, Selective and Sensitive Reactions, Academic Press, Inc., New York, N. Y. 1949, S. 213–215. — [2] Harvey, B. G., H. G. Heal, A. G. Maddock u. E. L. Rowley: J. chem. Soc. (London) **1947**, 1020; vgl. diese Z. **129**, 88 (1949). — [3] Kapoor, R. N., u. R. C. Mehrotra: J. Amer. chem. Soc. **80**, 3569 (1958). — [4] Kumins, Ch. A.: Analyt. Chemistry **19**, 376 (1947). — [5] Leader, G. R.: U.S.-Report ANL-WMM-125 (1945). — [6] Oesper, R. E., u. J. J. Klingenberg: Analyt. Chemistry **21**, 1509 (1949); vgl. diese Z. **131**, 446 (1950). — [7] Weaver, B.: Analyt. Chemistry **26**, 476 (1954); vgl. diese Z. **146**, 362 (1955).

Dr. E. Merz, Mainz, Saarstr. 23

Aus dem Laboratorium für Analytische Chemie der Universität Amsterdam (Holland)

Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse

II. Die Bestimmung von Arsen(III) und Tellur(IV)*

Von

G. den Boef, J. den Boef-Nugteren und B. van Laar

(Eingegangen am 13. November 1958)

Zu den Stoffen, die *Permanganat* in alkalischer Lösung zu Mangandioxyd reduzieren, gehören Verbindungen von As^{III} und Te^{IV}. Unter gewissen Bedingungen ist es Issa u. Mitarb.[2,3,4,5] auf Grund dieser Reaktionen gelungen As^{III} und Te^{IV} quantitativ zu bestimmen. In dieser Arbeit wollen wir zeigen, daß die Anwendung von *Manganat* bei diesen Bestimmungen größere Möglichkeiten bietet.

* I. Mitteilung: diese Z. **166**, 257 (1959).

Experimenteller Teil

I. Herstellung der Kaliummanganatlösungen

Für die Herstellung einer 0,01 m Manganatlösung wird als Lösungsmittel eine Lösung von 3 g Tellursäure (Analar H_2TeO_4) in 1 l 2 m Natronlauge benutzt. 2 g K_2MnO_4 (Darstellung vgl.[1]), werden in 100 ml dieser Lauge gelöst. Zur Entfernung des im Präparat immer in sehr geringen Mengen vorhandenen MnO_2 wird die Lösung zentrifugiert und darauf in einem Kolben mit 2 m Lauge zu 1 l aufgefüllt.

Die Tellursäure hält das durch Zersetzung des Manganats gebildete vierwertige Mangan in Lösung; mit Tellursäure versetzte 0,01 m und 0,001 m Kaliummanganatlösungen in 0,5 m bis 4 m NaOH oder KOH bleiben viele Monate ganz klar, obschon sich während dieser Zeit die Lösungen in 0,5 m Lauge durch Zersetzung des größten Teiles des Manganats in sieben- und vierwertiges Mn violett färben. Für die Analysen ist diese Zersetzung bedeutungslos.

II. Gehaltsbestimmung von Manganatlösungen

Den Gehalt von Manganatlösungen kann man auf zwei grundsätzlich verschiedene Weisen bestimmen:

a) Mittels Reduktion des Manganats zu Mn^{II} mit KJ in saurer Lösung und Bestimmung des Jods mit $Na_2S_2O_3$-Lösung.

b) Mittels Reduktion des Manganats zu Mn^{IV} durch direkte volumetrische Bestimmung mit einer Lösung von As_2O_3 in Lauge.

Beide Methoden liefern sehr scharfe Endpunkte und sind leicht durchzuführen. Für die jodometrische Bestimmung verwenden wir die übliche Arbeitsweise.

Für die Analyse in alkalischer Lösung mit As^{III} haben wir folgende Arbeitsvorschrift ausgearbeitet.

25 ml 0,01 m Manganatlösung werden in einem 250 ml-Becher mit 2 m Lauge bis zu einem Volumen von ungefähr 100 ml versetzt. Darauf werden 100 mg H_2TeO_4 zugesetzt, um das sich während der Bestimmung bildende Mn^{IV} in Lösung zu halten. Man taucht das Ende einer mit der 1 m Kalomelelektrode verbundenen KCl-Agar-Salzbrücke sowie die Platinindicatorelektrode in die Lösung ein und titriert unter magnetischem Rühren mit einer Lösung von 0,005 m As_2O_3 in 2 m Natronlauge. Der Potentialsprung beim Endpunkt dieser Bestimmung beträgt 150 mV je 0,1 ml 0,005 m As_2O_3-Lösung; die Reaktion verläuft nach der Gleichung:

$$As^{III} + Mn^{VI} \rightarrow Mn^{IV} + As^{V}.$$

Die ganze Bestimmung ist in 15 min durchzuführen. Die Einstellung der Spannung an der Indicatorelektrode geht auch in der Nähe des Endpunktes sehr schnell vor sich. Die Lösung ist nach der Bestimmung noch immer ganz klar. Führt man die Bestimmung ohne Zusatz von H_2TeO_4 durch, dann treten in der Nähe des Äquivalenzpunktes Unregelmäßigkeiten bei der Potentialeinstellung auf, die genaue Bestimmungen unmöglich machen.

Weil alkalische As^{III}-Lösungen ziemlich leicht vom Luftsauerstoff oxydiert werden, ist es zu empfehlen, die Lauge, in der das As_2O_3 gelöst wird, vorher mit Stickstoff sauerstofffrei zu machen.

Die Reproduzierbarkeit dieser Gehaltsbestimmungen mit As^{III}-Lösungen ist sehr gut. Die Streuung bei mehreren Gehaltsbestimmungen beträgt beinahe niemals mehr als 0,1 %.

In Tab. 1 sind die Resultate der beiden Bestimmungsweisen für drei Manganatlösungen wiedergegeben.

Aus Tab. 1 geht hervor, daß die jodometrische Bestimmung höhere Resultate gibt. Sie sind dadurch zu erklären, daß Manganatlösungen langsam aktiven Sauerstoff verlieren, entweder durch direkte Reduktion zu Mn^{IV} oder über die Zersetzung in Mn^{IV} und Permanganat. Das gelöste vierwertige Mangan wird bei der jodometrischen Bestimmung mit erfaßt, bei der anderen Bestimmung aber nicht.

Tabelle 1

Verwendete Lauge	Gehaltsbestimmung	
	mit As^{III}	Jodometrisch
1 m KOH	0,00986	0,00993
2 m NaOH	0,01000	0,01008
2 m NaOH	0,00995	0,00997

Tabelle 2

Laugenkonzentration	Zeitraum seit Herstellung der Manganatlösung Tage	Mangangehalt m
0,5 m NaOH	0	0,00992
	5	0,00991
	11	0,00990
2,0 m NaOH	0	0,00996
	43	0,00976
1,0 m KOH	0	0,00988
	73	0,00985
2,0 m KOH	0	0,00994
	100	0,00982
4,0 m KOH	0	0,00991
	88	0,00970
2,0 m NaOH	0	0,001015
	53	0,000845
	143	0,000749

Da schon bei der Herstellung von Manganatlösungen offenbar kleine Sauerstoffverluste auftreten, kann zur Gehaltsbestimmung der Manganatlösungen die für Bestimmungen in alkalischer Lösung dienen müssen, nur die Methode mit As^{III} angewendet werden.

Wie langsam der Sauerstoffverlust nach der Herstellung der Lösungen vor sich geht wird im folgenden gezeigt.

III. Haltbarkeit der Manganatlösungen

In Tab. 2 ist die Abnahme des Gehalts an Manganat (richtiger an Wirkungswert) für mehrere Lösungen wiedergegeben. Es handelt sich hier in einigen Fällen um einen scheinbaren Gehalt, nämlich die Molarität, die man bei der Gehaltsbestimmung findet. Die Lösungen in 0,5 m NaOH und in 1 m KOH färben sich nämlich nach einigen Tagen blaugrün und zuletzt sogar violett, ohne daß MnO_2 ausfällt oder nennenswerte Sauerstoffverluste auftreten.

Aus der Tab. 2 geht hervor, daß die Gehaltsverminderung nur im Falle der letzten Lösung, einer 0,001 m Manganatlösung, so bedeutend ist, daß bei Gebrauch für die Analyse eine tägliche Gehaltsbestimmung notwendig ist.

IV. Bestimmung von Arsen(III) mit Kaliummanganat

Obwohl die Streuung bei wiederholten Manganatgehaltsbestimmungen in KOH-Lösungen etwas größer ist als in NaOH-Lösungen, wird sie niemals größer als 0,3%.

Es ist nach der gegebenen Arbeitsvorschrift deshalb möglich, mit einer großen Genauigkeit (0,1—0,3% für eine Einzelbestimmung) den Gehalt von As^{III}-Lösungen von 0,01—0,001 m in 0,5—4,0 m Lauge durch einen direkten Vergleich mit einer As^{III}-Lösung von bekanntem Gehalt zu bestimmen. Man kann diese Konzentrationsgebiete noch erweitern, wenn man in KOH-Lösung arbeitet. Für Natronlauge ist etwa 0,02 m die obere Grenze infolge der beschränkten Löslichkeit von H_2TeO_4 in NaOH-Lösung.

Tabelle 3

Molarität der Manganatlösung	Volumen zugesetzte Manganatlösung ml	Berechnete Molarität Te^{IV}-Lösung
0,01001	25,77	0,00971
	25,80	0,00970
	25,78	0,00971
0,00995	25,61	0,00971
	25,63	0,00970
	25,64	0,00970
0,00985	25,38	0,00970
	25,39	0,00970

Die umgekehrte Bestimmung von As^{III} durch Zusatz von Manganatlösung aus der Bürette ist unmöglich, da man für die As^{III}-Lösungen bis 10% zu niedrige Werte findet. Diese großen Fehler werden verursacht durch teilweise weitere Reduktion des gebildeten vierwertigen Mangans zu Mn^{III}.

Auch wenn man einer As^{III}-Lösung einen Überschuß Manganat zusetzt und den Überschuß mit einer bekannten As^{III}-Lösung bestimmt, findet man einen zu niedrigen As^{III}-Gehalt. Die Fehler betragen dann aber nur etwa 1%.

V. Bestimmung von Tellur(IV) mit Kaliummanganat

Die Te^{IV}-Lösungen wurden durch Lösen von K_2TeO_3 (B.D.H. mindestens 97%) in Lauge oder Wasser hergestellt. Eine Bestimmung des Te^{IV}-Gehalts wurde nach Lenher u. Wakefield[6] durchgeführt (potentiometrische Titration in saurer Lösung mit $K_2Cr_2O_7$-Lösung; weitere Bestimmung des $K_2Cr_2O_7$-Überschusses mit Mohrschem Salz). Der Te^{IV}-Gehalt änderte sich im Verlauf von einigen Wochen nicht merkbar.

Die Gehaltsbestimmung einer 0,01 m Te^{IV}-Lösung gegen eine Manganatlösung kann auf dieselbe Weise durchgeführt werden wie die Gehaltsbestimmung der As^{III}-Lösung.

Die 0,01 m Te^{IV}-Lösung wird der Manganatlösung nach Zusatz von 100 mg H_2TeO_4 aus einer Bürette zugesetzt und der Endpunkt der Titration potentiometrisch festgestellt. Der Potentialsprung beim Endpunkt beträgt 60 mV je 0,1 ml Te^{IV}-Lösung.

In Tab. 3 sind Untersuchungen einer Te^{IV}-Lösung zusammengestellt, deren Gehalt sehr genau nach Lenher u. Wakefield festgestellt worden war; er betrug 0,00970 m (Fehler maximal 0,1%). Die neuen Versuche wurden mit drei verschiedenen Manganatlösungen in 2 m Natronlauge durchgeführt. Die Molarität der Manganatlösungen wurde mit As^{III} bestimmt (Fehler maximal 0,1%).

Aus der Tab. 3 geht sehr gut die große Genauigkeit der Bestimmungen hervor.

Auch für andere Laugekonzentrationen zwischen 0,5 und 4,0 m und andere Manganat- und Te^{IV}-Konzentrationen können genaue Bestimmungen durchgeführt werden. Außerdem arbeitet die Manganatmethode mehrmals schneller als die Arbeitsweise nach Lenher u. Wakefield.

Umgekehrte Titrationen mit Manganatlösungen in der Bürette bringen hier Fehler von ungefähr 2% mit sich.

Zusammenfassung

Lösungen von As^{III} und Te^{IV} bis zu 0,001 m können in 0,5—4,0 m Natron- oder Kalilauge sehr genau (bis auf einige Zehntel Prozente) potentiometrisch bestimmt werden.

Manganat wird dabei zu Mn^{IV} reduziert. Durch Zusatz von Tellursäure vor Anfang der Bestimmung bleibt das Mn^{IV} in Lösung.

Literatur

[1] den Boef, G., H. J. van der Beek u. T. Braaf: Recueil Trav. chim. Pays-Bas **77**, 1064 (1958). — [2] Issa, I. M., u. S. A. Awad: Analyst **78**, 487 (1953); vgl. diese Z. **145**, 221 (1955). — [3] Issa, I. M., u. I. M. El Sherif: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **14**, 300 (1956); vgl. diese Z. **154**, 364 (1957). — [4] Issa, I. M., u. I. M. El Sherif: Recueil Trav. chim. Pays-Bas **75**, 447 (1956); vgl. diese Z. **154**, 364 (1957). — [5] Issa, I. M., R. M. Issa u. A. A. Abdul Azim: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **11**, 512 (1954); vgl. diese Z. **147**, 133 (1955). — [6] Lenher, V., u. H. F. Wakefield: J. Amer. chem. Soc. **45**, 1423 (1923); vgl. diese Z. **70**, 145 (1927).

Dr. G. den Boef, Laboratorium voor Analytische Scheikunde,
Nieuwe Achtergracht 125, Amsterdam (Holland)

Aus dem II. Chemischen Institut der Universität Wien

Individuelle Verbrennung organischer Verbindungen mit einer Automatik

Von
GERALD KAINZ

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 14. November 1958)

In der soeben erschienenen Neuauflage von PREGLS „Quantitative organische Mikroanalyse" schreibt H. ROTH[4] über die automatische Verbrennung u. a.: „In allgemein analytischen Laboratorien gelangen ab und zu Substanzen zur Analyse, die nur vorsichtig von Hand verbrannt werden können. Mit diesem Hinweis soll nur auf die nicht absolute Zuverlässigkeit der automatischen Verbrennung hingewiesen werden zwecks Anregung zur weiteren Vervollständigung."

Diese Worte charakterisieren die Grenzen der derzeit in Gebrauch stehenden automatischen Verbrennungsapparaturen, falls man von den Automaten absieht, die mit einer Verbrennungstemperatur über 1000° C arbeiten, wo die Art der Verbrennung weniger eine Rolle spielt. Bei einer Verbrennungstemperatur von 700° C hingegen ist die manuelle Verbrennungstechnik von PREGL noch immer am zuverlässigsten.

Nach PREGL muß die Vergasung der Probe so geleitet werden, daß die Geschwindigkeit des Gasstroms durch die Rohrfüllung stets annähernd konstant bleibt. Dadurch gelangen je Zeiteinheit nur geringe Substanzmengen in die Rohrfüllung und werden ohne Schwierigkeit quantitativ verbrannt. Diese Forderung bedingt allerdings, daß jede Substanz *individuell* verbrannt werden muß.

Es ist verständlich, daß die individuelle Verbrennung gewisse Anforderungen an die Geschicklichkeit und Aufmerksamkeit des Analytikers stellt, weshalb man sich schon längere Zeit bemüht hat, diesen Vorgang zu automatisieren.

Ein Weg[5] besteht darin, daß man den beweglichen Brenner mit Hilfe eines Motors gleichmäßig gegen den Langbrenner vorrücken läßt. Die Erfahrung zeigt jedoch, daß hierdurch keineswegs eine gleichmäßige Vergasung gewährleistet wird. Wesentlich günstiger ist die Automatik von REHLEN[6], bei der sich die Geschwindigkeit des beweglichen Brenners annähernd nach der Sinusfunktion ändert. Die Geschwindigkeitsänderung muß jedoch zu Beginn der Analyse vorgewählt werden. Andere Automaten wieder haben ein Getriebe, das mehrere Geschwindigkeitsstufen einzustellen erlaubt. Mit Hilfe einer Tastatur wird die Geschwindigkeit des beweglichen Brenners für einzelne Wegabschnitte vorgewählt. Seit 1902 weiß man ferner

die Druckschwankungen bei der Verbrennung zur Steuerung der Vergasung auszunützen (vgl.[1]).

Ich befasse mich seit einiger Zeit mit der Entwicklung einer geeigneten Automatik, für die als Vorbild die bewährte manuelle Verbrennungstechnik von PREGL dient.

Ich habe den Blasenzähler, den PREGL zur Bestimmung der Strömungsverhältnisse und zur Kontrolle der Vergasung benützt, durch einen modifizierten Strömungsmesser nach RIESENFELD[7] ersetzt, da sich dieser leichter zu einem Gebergerät für eine Automatik ausbauen läßt. In diesem Strömungsmesser habe ich zwei Elektroden angebracht, die bei

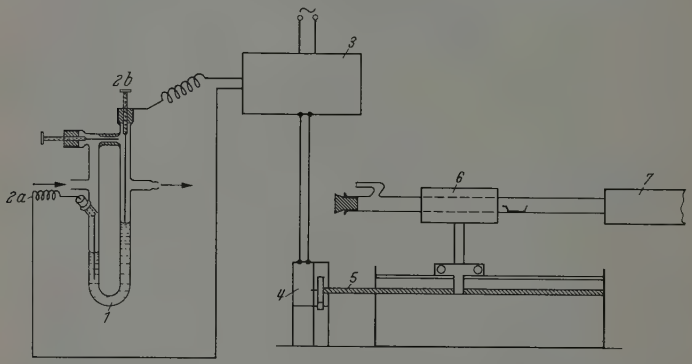

Abb. 1. Automatische Steuerung der Verbrennung. (*1* Strömungsmesser; *2* Elektroden; *3* Relais *4* Motor; *5* Spindel; *6* beweglicher Brenner; *7* Langbrenner)

richtiger Strömungsgeschwindigkeit über ein Relais den *Vorschub des beweglichen Brenners* veranlassen, hingegen bei *verminderter* Strömungsgeschwindigkeit — wenn also die Substanz zu schnell vergast — den *beweglichen Brenner stoppen.*

Abb. 1 zeigt die Prinzipschaltung. Im Strömungsmesser (*1*) wird eine Sperrflüssigkeit entsprechend der Geschwindigkeit des Gasstroms mehr oder minder hoch nach oben gedrückt. Im Strömungsmesser sind weiterhin zwei Elektroden (*2a,b*) angebracht. Eine Elektrode hat ständigen Kontakt mit der Sperrflüssigkeit. Die 2. Elektrode wird zu Beginn der Verbrennung so eingestellt, daß sie gerade die Sperrflüssigkeit berührt. Beide Elektroden befinden sich im Primärkreis eines Relais (*3*), dessen Stromkreis je nach der Stellung der Sperrflüssigkeit geöffnet oder geschlossen ist.

Das Relais ist nun so geschaltet, daß bei geschlossenem Primärkreis auch der Sekundärkreis des Relais von Strom durchflossen wird. Dadurch wird der im Sekundärkreis befindliche Motor (*4*) in Gang gesetzt. Dieser schiebt über eine Spindel (*5*) den beweglichen Brenner (*6*) gegen den Langbrenner (*7*).

Vermindert sich die Strömungsgeschwindigkeit, weil Substanzteile vergasen, so sinkt die Sperrflüssigkeit im Strömungsmesser nach unten.

Der Primärkreis wird geöffnet und das Relais schaltet den Motor aus. Motor und beweglicher Brenner bleiben nun solange stehen, bis sich wieder die ursprüngliche Strömungsgeschwindigkeit eingestellt hat. *Der Strömungsmesser regelt auf diese Weise über das Relais den Vorschub des beweglichen Brenners genau so, wie der Analytiker den Brenner manuell entsprechend dem Tempo des Blasenzählers vorrücken würde.*

Diese Automatik wurde vor allem bei der C-H-Bestimmung erprobt. Bis zu 8 mg Substanz ergaben bei der Verbrennung im Mikrorohr einwandfreie Resultate. Die Automatik wird sich in analoger Weise auch für die übrigen Verbrennungsverfahren anwenden lassen.

Nachdem die Automatisierung der individuellen Verbrennung in hinreichender Weise gelöst schien, baute ich eine Vorrichtung, die den Vorgang der individuellen Verbrennung graphisch aufzuzeichnen gestattete. Eine genaue Darstellung schien auch deshalb von Interesse, da man bisher nur auf gefühlsmäßige Angaben angewiesen war.

Zu diesem Zwecke brachte ich am beweglichen Brenner eine Schreibvorrichtung an. Senkrecht zur Bewegungsrichtung des Brenners rollte auf einer Trommel ein Papierstreifen ab. In Abb. 2 ist ein solches Diagramm dargestellt, das bei der Verbrennung von Cholestenon aufgenommen wurde. Es zeigt, daß der bewegliche Brenner an zwei Stellen zum Stillstand kommt: bei *I* destilliert Cholestenon aus dem Schiffchen, bei *II* vergast es.

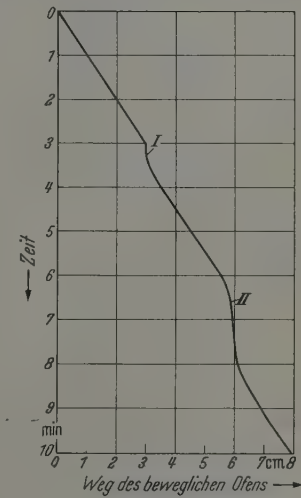

Abb. 2. Diagramm, aufgenommen bei der Verbrennung von Cholestenon in Luft

In der Folge habe ich Diagramme von der Verbrennung verschiedener Substanzen hergestellt; die Meßwerte sind in Abb. 3 ausgewertet, und zwar ist in 3a die Geschwindigkeit des beweglichen Brenners gegen die Zeit aufgetragen; 3b zeigt die Geschwindigkeit des Brenners auf seinem Weg zum Langofen.

Die Ergebnisse sind:

1. Bei Verbrennung der Probe tritt eine starke Verzögerung im Brennervorschub auf. Diese Verzögerung ist bei den einzelnen Substanzen verschieden. Sie hängt vom Volumen der Verbrennungsprodukte Wasser und Kohlendioxyd ab. Die Verzögerungszeit ist daher um so größer, je

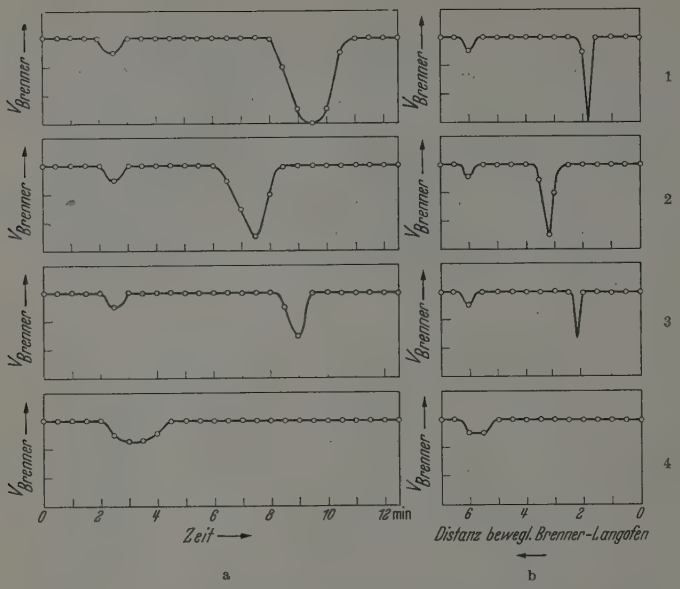

Abb. 3 a u. b. Individuelle Verbrennung verschiedener Verbindungen mit obiger Automatik. 1 Cholestenon; 2 Benzoesäure; 3 Pikrinsäure; 4 Cystin

höher der Prozentgehalt der Probe an C und H und je größer die Einwaage ist. Bei ein- und derselben Substanz ist die Verzögerungszeit um so größer, je geringer die Strömungsgeschwindigkeit des Gasstroms durch die Rohrfüllung ist.

Tabelle

Substanz	Distanz Vergasungsstelle-Langbrenner in Zentimeter
Cholestenon	1,8
Benzilhydrazid	2,1
Pikrinsäure	2,2
Paraffin	2,5
Phenantren	2,7
Diphenylamin	2,9
Benzoesäure	3,1
Hexachlorbenzol	3,4

2. Die Vergasung destillierbarer Substanzen erfolgt hauptsächlich in einem ganz engen Bereich von 1—3 mm, ist also nicht gleichmäßig über eine längere Strecke verteilt. Die Vergasungsstelle kann mit dem Automat genau festgestellt werden. Die Tabelle zeigt den Abstand der Vergasungsstelle vom Langbrenner.

3. Bei der Verbrennung organischer Substanzen treten meist zwei Verzögerungszeiten auf, und zwar die erste bei der Destillation der Substanz aus dem Schiffchen. Diese ist gering bei destillierbaren und sublimierbaren Verbindungen, hingegen besonders ausgeprägt, wenn sich die

Substanz zersetzt. Die zweite Zäsur liegt dort, wo die Substanz in den Langbrenner destilliert. Diese ist bei destillierbaren und sublimierbaren Verbindungen sehr deutlich zu erkennen.

Diese Ergebnisse zeigen, warum die bisherigen Automaten oft nicht ganz entsprochen haben. Der gleichförmige Brennervorschub geht gleichmäßig über die Vergasungsstelle hinweg, wodurch die Probe in etwa 30 sec vergast wird. Dadurch kommt es zu einer enormen Beanspruchung der Rohrfüllung. Reicht deren Oxydationskapazität nicht aus, so gehen Crackprodukte hindurch. Die Reihlen-Automatik entspricht mit ihrer sinusartigen Vorwärtsbewegung wesentlich besser, doch ist es dem Geschick des Analytikers überlassen, sie richtig im voraus an Hand des Schmelzpunktes oder Zersetzungspunktes einzustellen.

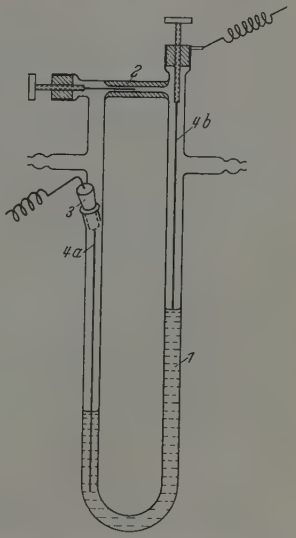

Abb. 4. Strömungsmesser mit Elektroden

Die vorliegende Automatik ermöglicht hingegen eine individuelle Verbrennung, ohne daß der Analytiker über die thermischen Daten der Substanz Bescheid wissen muß. Im Gegenteil: durch die Aufzeichnung des Verbrennungsvorganges kann man oft sagen, ob die analysierte Substanz destillierbar bzw. sublimierbar ist oder ob sie sich zersetzt. Weiterhin kann man den Verbrennungsvorgang an Hand der graphischen Darstellung nachträglich kontrollieren.

Experimenteller Teil

Strömungsmesser. Dieser besteht aus einem U-Rohr (*1*) von 4—5 mm Innendurchmesser (vgl. Abb. 4). Das U-Rohr ist oben durch eine Capillare (*2*) von 0,4—0,5 mm Innendurchmesser verbunden. Um den Querschnitt der Capillare zu verengen, wird von außen her durch ein Schraubgewinde ein Draht eingeführt. Um die Lage des Drahtes stets reproduzieren zu können, ist die Capillare außen mit einer Millimetereinteilung versehen. Der Strömungsmesser reagiert um so empfindlicher, je stärker die Stauung an dieser Stelle ist. Die Capillare soll jedoch nur soweit verengt werden, daß die Höhendifferenz der Sperrflüssigkeit bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 4—5 ml/min etwa 40 mm beträgt. Durch den Ansatz (*3*), der mit einem Gummistopfen verschlossen ist, geht ein Nickeldraht (*4a*) von 0,5 mm Durchmesser hindurch und steht ständig mit der Sperrflüssigkeit (verd. Natriumdihydrogenphosphat) in Verbindung. Die zweite Elektrode (*4b*) besteht ebenfalls aus Nickeldraht und ist in ihrer Höhe von außen durch ein Schraubgewinde verstellbar. Der Strömungsmesser wird auf ein Brett, das mit einem Eisenfuß versehen ist, montiert.

Wechselstromrelais. Es wird ein Wechselstromrelais verwendet, an dessen Primärkreis die Elektroden, an dessen Sekundärkreis der Motor angeschlossen ist. Ich habe beobachtet, daß an den Elektroden trotz Wechselstrom in geringem Maße eine Gasentwicklung auftritt. Um diese zu vermeiden, wird — wie bei der automatischen Acetylbestimmung (Kainz[2]) — in den Primärkreis ein Kondensator geschaltet und die Spannung durch eine Drossel oder einen Transformator weitgehend reduziert.*

Schreibvorrichtung. Am Schlitten des beweglichen Brenners ist ein Hebelarm angebracht, an dessen Ende gefedert ein Bleistift eingesetzt ist. Der Bleistift berührt gerade einen Papierstreifen, der auf einer Trommel langsam abgerollt wird.

Apparative Anordnung bei der C-H-Bestimmung. Der Gasometer ist mit einem Druckregler verbunden, der zweckmäßig mit einer Millimetereinteilung versehen wird, so daß man den eingestellten Überdruck (etwa 100 mm) unmittelbar ablesen kann. Darauf folgen der oben beschriebene Strömungsmesser, ein U-Rohr mit Blasenzähler und schließlich das Verbrennungsrohr. An sich wäre der Blasenzähler überflüssig. Die Erprobung hat jedoch gezeigt, daß die Beibehaltung des Blasenzählers zweckmäßig ist. Eine geringe Verminderung der Strömungsgeschwindigkeit, die gelegentlich eintritt, ohne daß Substanz vergast, würde ohne Blasenzähler sofort den Motor ausschalten. Bei Anwesenheit des Blasenzählers fluktuiert die Sperrflüssigkeit ständig im Tempo der Blasen. Eine geringe Verminderung der Strömungsgeschwindigkeit bedingt lediglich eine kürzere Kontaktzeit mit der Sperrflüssigkeit und damit eine geringe Verzögerung im Brennervorschub. Die Anzeige des Strömungsmessers kann noch empfindlicher gestaltet werden, wenn man das freie Volumen des Verbrennungsrohres durch einen Sperrkörper reduziert. Zum Vorschub des beweglichen Brenners dient ein Synchronmotor mit Getriebe. Der Vorschub soll etwa 6 mm/min betragen.

Zur Erprobung der Automatik wurde die C-H-Apparatur, die ich bereits früher[3] beschrieben habe (Kupfer bzw. Nickel zur Reduktion der Stickoxyde) verwendet.

Im folgenden sei noch auf einige Punkte hingewiesen, die die Durchführung der Mikroanalysen betreffen. Zur Absorption von Halogen hat sich Silber-Bimsstein (W. Zimmermann[8]) besser bewährt als Silberwolle. Zur Reduktion der Stickoxyde wird eine Kupferschicht verwendet, gefolgt von einer 1 cm langen Schicht von Nickel-Bimsstein, da bei Schwefelverbindungen mit Kupfer allein etwas erhöhte C-Werte gefunden wurden. Statt Kupfergrieß kann auch Kupfer-Bimsstein verwendet werden, der selbst nach mehreren hundert Analysen kaum sintert. Allerdings muß dann die Schicht auf 12 cm verlängert werden. Die Übergangsstelle zwischen Verbrennungsrohr und Wasser-Absorptionsröhrchen soll nicht wärmer als 40° C sein. Es werden Schliff-Absorptionsröhrchen verwendet, deren Capillardurchmesser 0,5 mm beträgt und die mit einem Draht verschlossen werden. Lediglich die Capillare des Wasser-Absorptionsröhrchens hat an der Wasser-Eintrittsstelle einen Durchmesser von 0,7 mm. Die Bildung eines Wasserpfropfens bei Schliffgefäßen muß unbedingt vermieden werden, da sonst Verluste an CO_2 auftreten. Die Anhydronschichten in der Apparatur werden endständig mit einer kurzen Schicht von Phosphorpentoxyd-Bimsstein (Zimmermann) versehen, um bei Erschöpfung der Anhydronschicht eine Verschleppung von Wasser auszuschließen.

Zusammenfassung

Es wird eine Vorrichtung beschrieben, die die Vergasung der organischen Substanz nach dem Prinzip der manuellen Verbrennungstechnik von F. Pregl automatisch durchführt. Hierzu wird ein Strömungsmesser

* Ein hierfür geeignetes Relais wird von der Firma P. Haack, Wien, hergestellt.

verwendet, der mit Elektroden versehen ist, die über ein Relais den Vorschub des beweglichen Brenners regeln. Durch Kombination mit einem Schreibgerät ist es erstmals möglich, den Vorgang bei der individuellen Verbrennung graphisch darzustellen.

Dem Vorstand des Institutes, Herrn Prof. Dr. F. WESSELY, danke ich für wertvolle Ratschläge und Anregungen.

Literatur

[1] DEIGLMAYR, J.: Chemiker-Ztg. **26**, 520 (1902). — FISCHER, F. O.: Analyt. Chemistry **21**, 827 (1949); vgl. diese Z. **130**, 447 (1949/50). — KONO, T., S. SHIMOKOBE, M. NAKAYAMA, M. OGATA u. T. MITSUI: Jap. Analyst **3**, 224 (1954). — WHITE, T. T., V. A. CAMPANILE, E. J. AGAZZI, L. D. TESELLE, P. C. TAIT, F. R. BROOKS u. E. D. PETERS: Analyt. Chemistry **30**, 409 (1958); vgl. diese Z. **166**, 46 (1959). — KONO, T.: Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 461. — [2] KAINZ, G.: diese Z. **166**, 32 (1959). — [3] KAINZ, G.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **35**, 569 (1950); **39**, 166 (1952); vgl. diese Z. **134**, 368 (1951/52); **140**, 296 (1953). — [4] PREGL, F.: Quantitative organische Mikroanalyse, 7. Aufl., S. 66. Neubearbeitet von H. ROTH. Wien: Springer 1958. — [5] PREGL, F.: Ber. dtsch. chem. Ges. **37**, 1434 (1905); vgl. diese Z. **45**, 353 (1906). — Siehe auch: HALLETT, L. T.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **10**, 111 (1938); vgl. diese Z. **122**, 382 (1941). — ROYER, G. L., A. R. NORTON u. O. E. SUNDBERG: Ind. Engng. Chem. anal. Edit. **12**, 688 (1940). — STEYERMARK, A.: Analyt. Chemistry **17**, 523 (1945). — CLARK, R. O., u. G. H. STILLSON: Analyt. Chemistry **19**, 423 (1947); vgl. diese Z. **123**, 133 (1942). — [6] REIHLEN, H., u. E. WEINBRENNER: Chem. Fabrik **7**, 63 (1934); vgl. diese Z. **100**, 300 (1935). — REIHLEN, H.: Mikrochemie **23**, 285 (1936); vgl. diese Z. **118**, 258 (1939/40). — [7] RIESENFELD, E. H.: Chemiker-Ztg. **42**, 510 (1918). — [8] ZIMMERMANN, W.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **31**, 149 (1944).

Univ.-Doz. Dr. GERALD KAINZ, II. Chem. Institut d. Universität Wien IX., Währingerstr. 38 (Österreich)

Aus dem Analytischen Laboratorium der Badischen Anilin- & Soda-Fabrik AG., Ludwigshafen a. Rhein

Fraktometrische Analyse von Deuterium im Wasserstoffstrom

Von

OSWALD RIEDEL und EBERHARD UHLMANN

(Eingegangen am 29. November 1958)

1. Markieren von Wasserstoff

Als Markierungsstoffe bei chemischen Untersuchungen werden überwiegend Radionuklide verwendet. Wasserstoff insbesondere kann mit seinem radioaktiven Isotop Tritium markiert werden. Obgleich der Nachweis — vor allem der quantitative — des Tritiums durch die Weichheit seiner Strahlung erschwert ist[1], wird es in einer steigenden

Anzahl von Arbeiten mit Erfolg als Tracer benutzt (vgl. z. B.[3]). In seinem chemischen Verhalten wird das Tritium allerdings mitunter vom Protium abweichen, da es ein 3mal höheres Atomgewicht hat.

Untersuchungen in technischen oder halbtechnischen Apparaturen dürfen jedoch mit Tritium nicht gemacht werden, da es infolge seiner langen Halbwertzeit die Apparaturen radioaktiv verseucht[1].

Als das notwendige inaktive Leitisotop bietet sich Deuterium an, das man leicht durch Elektrolyse des jetzt billiger gewordenen Schwerwassers darstellt. Zudem ist das Atomgewicht des Deuteriums nur doppelt so hoch wie das des Protiums.

Das nachstehend beschriebene fraktometrische (gaschromatographische) Verfahren steht einer Zählrohrbestimmung von Radionukliden in seiner Genauigkeit nicht nach. Es liefert bei uns seit Monaten in nahezu säglichem Betrieb einwandfreie Ergebnisse.

2. Grundsätzliches zur Art und Aufbereitung der Proben

Je nach der bearbeiteten Aufgabe können die verschiedensten deuteriummarkierten Ausgangs- und Reaktionsprodukte vorliegen, wie etwa Kohlenwasserstoffe, Wasser u. a. Im allgemeinen ist es zwecklos, eine solche Probe einem Fraktometer mit getränkter Trennsäule zuzuführen. Der Fall nämlich, daß die gewöhnliche und die deuterierte Verbindung auf dem Fraktogramm deutlich getrennt je ein Maximum erzeugen, ist selten[5]. Zudem ist dazu erforderlich, daß jener Stoff nur aus zwei Arten Molekülen besteht, d. h., daß es nur zwei Möglichkeiten geben darf, wie die Wasserstoffplätze im Molekül von H- und D-Atomen qualitativ und quantitativ besetzt werden. Sind mehr als zwei Molekülarten bei der Synthese entstanden, so wird stets ein verwischtes Maximum aufgezeichnet werden.

Alle analytischen Verfahren, nicht nur die Fraktometrie, sind eben insofern mehr oder minder unzulänglich, als mit ihnen nicht jede beliebige Probe unmittelbar bearbeitet werden kann. Dem analytischen Detektor ist deshalb eine Apparatur vorzuschalten, welche sämtliche angebotenen Proben in stöchiometrisch einwandfreier Weise umwandelt in denjenigen immer gleichartigen Stoff, auf den der Detektor geeicht ist.

Im Falle des Deuteriumnachweises ist es am günstigsten, die Proben in das Element Wasserstoff selbst umzuwandeln, da das besonders einfach und fehlerfrei mittels einer Mikro-Verbrennungs- und Reduktionsapparatur auszuführen ist. Als Detektor empfiehlt sich dann gerade das Fraktometer, denn es kann unmittelbar hinter die Mikroapparatur geschaltet werden.

Ein quantitativ arbeitendes Deuteriumfraktometer ist deshalb nicht nur speziell auf den Nachweis von Deuterium in elementarem Wasserstoff beschränkt, sondern es stellt den Detektorteil für ein universelles, auf beliebige Verbindungen anwendbares Bestimmungsverfahren dar.

3. Die Meßgeräte

Als Fraktometer dient das Gerät 154 B von Perkin-Elmer, Bodenseewerk. Es arbeitet mit dem Prinzip der Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle, auch „Katharometer" genannt, wobei Thermistoren als wärmeempfindliche Organe benutzt werden. Der vom Ausgang des Fraktometers als elektrische Spannung abgegebene Meßwert wird mit dem eingebauten Abschwächer stufenweise bis auf $^1/_{32}$ heruntergeregelt. Ein Philips-Elektro-Spezial-Kompensograph 2200 A/21 B von 5 mV Vollausschlag zeichnet das Fraktogramm auf ein Papierband von 250 mm Breite. Nach Angabe des Herstellers gilt für einen auf das Papier geschriebenen Meßwert die Genauigkeit von $\pm 0{,}25$ mm. Die höchstmögliche, in der von uns benutzten niedrigsten Abschwächerstellung erzielbare Ausschlagweite beträgt somit $32 \times (250 \pm 0{,}25)$ mm $= 8000 \pm 8$ mm. Als Papiervorschub ist eine Geschwindigkeit von 20 mm/min gewählt worden.

Der Gasprobeneinlaßteil mußte einwandfrei beschaffen sein. Insbesondere war für unsere Arbeitsweise unerläßlich, daß die jeweils angewandte Menge der Probe genau bekannt war. Dem verfügbaren Höchstausschlag paßte sich meistens am besten eine Probenmenge von etwa 1 ml an. Demgemäß wurde das Dosierrohr von 1,0 ml in den Einlaßteil des Fraktometers eingesetzt. Um auch bei Proben mit sehr geringem Deuteriumgehalt eine genügend große und genügend genau meßbare Ausschlagweite zu erzielen, empfahl es sich allerdings, eine größere Probenmenge anzuwenden und Dosierrohre von 10,0 oder 25,0 ml einzusetzen.

Beim Füllen des Dosierrohres waren die Proben den jeweils herrschenden Laboratoriumsbedingungen unterworfen. Es mußten daher die zur Aufnahme kommenden Gasmengen noch auf die Normalbedingungen 760 Torr und 0° C reduziert werden.

Den Trägergasstrom überwachte zusätzlich zum eingebauten Manometer eine hinter das Fraktometer geschaltete Gasuhr.

4. Molekularsieb als Trennsäule

Der Aufgabe, niederatomige Gase fraktometrisch zu trennen, war ein „Molekularsieb" angemessen. Als solches verwandten wir die „Trennsäule I" von Perkin-Elmer, die mit „Linde Molekularsieb Typ 5 A" gefüllt ist und die eine Länge von 4 m hat. Es ist das ein von Linde Air Products Co. künstlich hergestellter Zeolith, nämlich Calciumaluminiumsilicat einer Maschenweite von 5 Å-Einheiten.

Als Trägergase faßte man selbstverständlich zunächst nur andere Gase als Wasserstoff selbst ins Auge.

a) Helium. Es strömte bei einem Druckabfall längs der Säule von 0,5 at mit einer Mengengeschwindigkeit von 30 ml/sec durch die auf 30° C gehaltene Trennsäule. Eine 1,0 ml-Probe Protium rief nach einer Retentionszeit von 2,35 min einen Höchstausschlag von 110 mm hervor. Für Deuterium entstand zwar ein mehr als 10mal höherer Ausschlag, aber die Retentionszeit war genau die gleiche. Die beiden Wasserstoffisotope waren somit analytisch nicht zu trennen.

b) Argon. Es erwies sich aus dem gleichen Grunde als unbrauchbar. Erwähnt sei lediglich, daß infolge des hier anderen Vorzeichens der Differenz der Wärmeleitfähigkeiten von Träger- und Probengas die Maxima nach der anderen Seite geschrieben werden.

Aus diesen Mißerfolgen war zu schließen, daß der Mangel eines Trennvermögens für Protium und Deuterium eine Eigenschaft der Trennsäule selbst und von der Art des Trägergases unbeeinflußt ist. Weitere Versuche mit Kohlensäure, Stickstoff u. a. wurden deshalb gar nicht erst angestellt.

5. Trennsäule mit Palladiumschwarz

Für die präparative Aufgabe der Darstellung von allerreinstem Deuterium verwenden Glueckauf u. Kitt[2] mit gutem Erfolg eine mit Palladiumschwarz beladene Säule. Jene Säulenfüllung hat nicht nur die erwünschte Eigenschaft einer für die beiden Wasserstoffisotope deutlich verschiedenen Retentionszeit, sondern zerlegt auch noch das stets vorhandene Protiumdeuterid HD in H_2 und D_2. Als inertes Gas ist dabei Helium zu nehmen.

Für analytische Zwecke indes erwiesen sich einige von uns hergestellte Säulen als nicht brauchbar, da sich Form und Größe der Ausschläge nicht genügend genau reproduzierten. Die Ursache hierfür lag zum größten Teil darin, daß es nicht gelang, den in der Fraktometrie oft beobachteten Fehler der „Zweiphasigkeit" zu vermeiden.

Jede Trennsäule wirkt nämlich mehr oder minder doppelt, erstens durch ihre Beladung und zweitens durch ihr Substrat. Eine als Probe eingegebene chemische Verbindung ruft auf dem Fraktogramm zwei Maxima hervor, die sich nach Retentionszeit, Form und Größe unterscheiden. Der Effekt braucht zwar an sich noch kein Fehler zu sein; er verhindert aber gleichwohl, die betreffende Trennsäule zu verwenden, denn die Probe verteilt sich in der Regel stark schwankend auf die beiden, ihr zur Wanderung angebotenen Phasen.

Es sei bemerkt, daß bei der üblichen — auf Adsorption und Desorption der Gasphase an Flüssigkeitsoberflächen beruhenden — Fraktometrie die Materialien deshalb so gewählt sein müssen, daß in der getränkten Trennsäule die Zweiphasigkeit unterdrückt wird oder gar nicht auftritt.

6. Wasserstoff als Trägergas

Der im Heliumstrom am Molekularsieb eingetretene Befund lehrt, daß Protium und Deuterium quantitativ erheblich verschieden auf die Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle des Fraktometers wirken.

Das legt den Gedanken nahe, gewöhnlichen Wasserstoff, Protium selbst, als Träger zu verwenden. Zwar geht dann der Protiumgehalt einer eingeführten Probe im Wasserstoffstrom unter, aber wenn das Deuterium ein Maximum erzeugt, wird das Verfahren dennoch eichfähig sein. Die gesamte angewandte Probenmenge wird ja mit dem Dosierrohr stets auf einem bekannten Wert gehalten.

Nachdem Vorversuche die Erwartung bestätigt hatten, wurde eine Reihe von H_2/D_2-Eichgemischen angesetzt. Das deuteriumreichste

Gemisch war ein Wasserstoff, der aus reinstem Schwerwasser durch Elektrolyse dargestellt worden war, das deuteriumärmste war ein aus gewöhnlichem Wasser elektrolysierter Wasserstoff. Diesen beiden Wasserstoffgemischen wurden D_2-Gehalte von 100 und 0 Vol-% zugeschrieben. Für die daraus angesetzten Mischungen lauteten die Prozentzahlen entsprechend, sie erstreckten sich von 75,0 bis 1,5 Vol-% D_2.

Die Prozentangaben sind nicht absolut, denn obwohl zur Elektrolyse nur wasserfreies Kaliumcarbonat zugesetzt worden war, enthielt das deuteriumreichste Gemisch dennoch etwas Protium, weil das gelieferte „Schwerwasser reinst" selbst nur etwa 99 Gew.-% Deuteriumoxyd enthielt.

Indes ist eine Kenntnis des Absolutgehaltes kaum nötig. Die markierte Verbindung wird ja in der Regel gegen einen Standard oder eine Eichkurve gemessen, die mit demselben „100%igen" Deuterium hergestellt sind, das zuvor auch in jene Verbindung eingegangen ist.

Hervorgehoben sei, daß sich der Fehler der Zweiphasigkeit beim Molekularsieb auch nicht andeutungsweise einstellte. Allerdings hatte man zu verhindern, daß sich Wasser als zweite Phase ansammelte. Dazu genügte es, Proben- und Trägergas mit laboratoriumsüblicher Sorgfalt trocken zu halten.

7. Eichung

Die Eichkurve, das ist die Höhe des Ausschlages gegen den Vol-%-Gehalt an Deuterium, wurde aufgenommen mit je 1,0 ml von 13 solcherart hergestellten Gemischen.

Die 100%-Probe ergab einen Ausschlag von 5920 mm, während sich für die 0%-Probe erwartungsgemäß gar kein Ausschlag feststellen ließ. Die Ausschläge waren scharf geformt, sie hatten eine Halbwertsbreite von weniger als 2 mm.

Die Eichkurve stellte sich als eine Gerade heraus. Sie ist somit gemäß der Gleichung

$$v\,[\text{Vol-\%}] = f \cdot a\,[\text{mm}]$$

durch einen einzigen Eichfaktor f ersetzbar.

Die Trennsäule, welche mit dem oben genannten Molekularsieb-Zeolith gefüllt war, wurde auf einer Temperatur von 30° C gehalten.

Als Durchströmungsgeschwindigkeit des Trägergases war der Wert von 75 ml H_2/min günstig; er entsprach einem Trägergasdruckabfall längs der Säule von 0,5 at.

Die Speisespannung der Thermistoren der Katharometerzelle — genauer: der Wheatstone-Brücke, in welcher die Thermistoren liegen — war auf 7,0 Volt eingestellt. Auf gute Konstanz dieser Detektorspannung muß sehr geachtet werden, da sonst bei im übrigen gleichgebliebenen Bedingungen die Höhe der Maxima stark beeinflußt wird. Schwankt

die Detektorspannung zwischen 6,9 und 7,1 Volt, dann schwankt bei der Abschwächereinstellung 32 der Ausschlag auf dem Registrierpapier für eine 100%ige D_2-Probe von 153 bis 201 mm.

Deshalb und aus allgemeinen Gründen empfiehlt sich eine ständige Kontrolle der Fraktometeranzeige. Dazu schaltet man zwischen die Untersuchungsproben immer wieder Eichproben, die am besten aus „100%igem" D_2 bestehen.

Wie genau ein Meßbefund ist, ergibt sich daraus, daß die Ausschläge auf dem Fraktogramm sich auf $\pm 1{,}2$ mm reproduzierbar herausgestellt haben. Davon entfallen $\pm 0{,}25$ mm auf die Ungenauigkeit des verwendeten Kompensationsschreibers (vgl. unter 3). Das Dosieren der Probenvolumina liefert einen weiteren Beitrag zur Streuung, das meiste aber machen die Schwankungen der Detektorspannung aus.

Mit der Streuung von $\pm 1{,}2$ mm läßt sich ein um so geringerer prozentualer Fehler erzielen, je breiter das Papierband ausgeschrieben wird; für den Vollausschlag von 250 mm beträgt er nur $\pm 0{,}5\%$. Um große, gut ablesbare Ausschläge für die verschiedenen vorkommenden Deuteriumkonzentrationen zu bekommen, hat man den Abschwächer geeignet einzustellen und gegebenenfalls ein größeres Dosierrohr zu nehmen.

Die Eichgröße müßte eigentlich nicht die Höhe des Maximums sein, sondern seine Fläche. Indes zeigt der Eichbefund, daß für die einfache Kombination Molekularsieb-Wasserstoff schon die Ausschlagsweite selbst gut eichfähig ist.

8. Das Verhalten von Protiumdeuterid

Jede ursprünglich aus H_2 und D_2 angesetzte Mischung muß nach kurzer Zeit Protiumdeuterid HD enthalten. Es stellt sich ein metathetisches Gleichgewicht ein gemäß der Reaktionsgleichung

$$H_2 + D_2 \rightleftharpoons 2\,HD.$$

Die fraktometrischen Analysen- und Eichungsbefunde zeigen jedoch, daß die Anzeige stets linear proportional ist dem Deuteriumgehalt, daß also ein HD-Molekül auf die Anzeige des Fraktometers so wirkt, als ob es $^1/_2 D_2$-Molekül sei.

Für diese eigentümliche Tatsache sind zwei Deutungen denkbar: 1. Die Wärmeleitfähigkeit von HD liegt gerade genau in der Mitte zwischen der von H_2 und der von D_2; 2. die Trennsäule verschiebt oder verhindert das Gleichgewicht, so daß an ihrem Ende und in der Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle wenig oder gar kein Protiumdeuterid anwesend ist.

Das Massenspektrometer entschied die Frage zugunsten der ersten Deutung. Eine größere Menge eines Gemisches wurde angesetzt und nach Durchströmen einer Trennsäule des im Fraktometer verwendeten

Typs wieder in einem Kolben aufgefangen. Massenspektrometrische Analysen zeigten eindeutig, daß das Gas hinter der Säule dasselbe geblieben war.

Die Volumenprozente sind 50,5 D_2, 40,5 HD und 9,0 H_2, woraus für die Reaktionskonstante ein Wert von etwa 3,6 folgt. Dieser Befund stimmt hinreichend gut überein mit dem allgemein anerkannten[4] Wert 3,74.

Summary

A universally usable, quantitative assay for deuterium-labeling work demands a stoichiometrical transformation of all samples into elementary hydrogen. For the detector, it is the best to connect directly a fractometer, that works with a catharometer cell. Tests with several carrier gases and an attempt with a palladium-black column failed; a molecular sieve with ordinary hydrogen as carrier was appropriate. The fractogram, written by a compensograph, shows a well gaugeable peak which is linearly proportional to the deuterium content of the sample. The error at full deflection amounts to $\pm 0{,}5\%$. Protium deuteride, HD, is acting as if it were $^1/_2$ D_2, a fact that was confirmed by mass-spectrometric measurements.

Für Ratschläge danken wir Herrn Dr. Kienitz, Leiter der physikalisch-analytischen Gruppe im Ammoniaklaboratorium der BASF. Herr Dr. Kraus machte die massenspektrometrischen Aufnahmen.

Literatur

[1] Bernstein, W., and R. Ballentine: Rev. sci. Instruments **21**, 158 (1950). — [2] Glueckauf, E., and G. P. Kitt: Vapour-Phase Chromatography, S. 422–427. Ed.: D. H. Desty, Butterworths Sci. Publ., London 1957. — [3] Hughes, W. L.: II. U.N. Intern. Conf. on the Peaceful Uses of Atomic Energy, Paper No. 842, Genf 1958. — [4] Rossini, F. D. et al.: Selected Values of Chemical Thermodynamic Properties, Circular of the National Bureau of Standards 500, S. 12 (1950). — [5] Wilzbach, K. E., and P. Riesz: Science **126**, 748 (1957).

Dr. O. Riedel, Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG., Analytisches Laboratorium, Ludwigshafen a. Rhein

---

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Wann zweckmäßig die Röntgenfluorescenzanalyse und wann die optische Spektralanalyse eingesetzt wird und wie diese beiden Methoden sich gegenseitig ergänzen, wird von M. F. Hasler[1] erörtert. Grundsätzlich hängt bei beiden Methoden die Nachweisempfindlichkeit von der Auswahl der Analysenlinien und von dem Hauptbestandteil der zu untersuchenden Probe (Matrix) ab. Während der Verf. sich bei den Verhältnissen der optischen Analyse auf das Tabellenwerk von Harvey[2] bezieht, erörtert er eingehend die Einflüsse bei der Fluorescenzanalyse.

Für Elemente niedriger Ordnungszahl ist die Nachweisempfindlichkeit der Röntgenanalyse gering wegen der starken Absorption der Röntgenstrahlen im Röhrenfenster und im Lichtweg, sowie wegen des Beugungskristalls. Ebenso liegen die Verhältnisse bei der Ordnungszahl 58, von wo ab die Linien der L-Serien benutzt werden, die dann wieder im selben Wellenlängenbereich wie die K-Linien der leichten Elemente liegen. Für die Elemente mit Ordnungszahlen zwischen etwa 26 und 42 geht die Empfindlichkeit in die Größenordnung von ppm. Für die Ordnungszahlen oberhalb 58 wiederholt sich der Verlauf, allerdings sind hier die Empfindlichkeiten um einen Faktor 10 schlechter, da die L-Linien unempfindlicher sind. Das Matrixelement beeinflußt die Nachweisempfindlichkeit der Fluorescenzanalyse durch Absorption der anregenden und der Fluorescenzstrahlung. Solange das Matrixelement eine erheblich niedrigere Ordnungszahl hat als das Analysenelement, ist die Empfindlichkeit hoch. Sie nimmt ab, je näher die Ordnungszahlen beisammen liegen, da die K-Absorptionskante des Matrixelementes dann die Wellenlänge des Analysenelementes stark absorbiert. Ist die Wellenlänge der Matrixabsorptionskante kleiner als die Analysenwellenlänge, so ist die Empfindlichkeit wieder hoch. Dieser Sachverhalt wiederholt sich für dasselbe Analysenelement bei einem Matrixelement höherer Ordnungszahl, wenn dessen L-Absorptionskante im kritischen Wellenlängenbereich liegt. Auf Grund dieser Tatsachen, sowie unter Berücksichtigung der Probenvorbereitung und Genauigkeitsforderung diskutiert der Verf. eine Reihe von Problemstellungen durch und wägt die Vor- und Nachteile der beiden Methoden gegeneinander ab.

[1] Spectrochim. Acta **11**, 97—104 (1957). Appl. Res. Lab., Glendale, Cal. (USA). — [2] Harvey, C. E.: A Method of Semi-Quantitative Analysis (1947). F. Rosendahl

Gaschromatographie. A. I. M. Keulemans und G. W. A. Rijnders[1] geben einen *Überblick über die Grundlagen, den apparativen Aufbau und die Anwendungsmöglichkeiten der Gaschromatographie.* Neben der Definition der „Chromatographie" werden die Voraussetzungen der „idealen" und der „linearen" Chromatographie sowie die Bedingungen der „nichtidealen" und „nichtlinearen" Chromatographie diskutiert. Die physikalischen Bedingungen für die richtige Wahl einer stationären Phase werden ausführlich besprochen. Als Anwendungsbeispiel ist die *analytische Trennung eines C_3-C_4-Kohlenwasserstoffgasgemisches* mit 5 verschiedenen Säulenmaterialien beschrieben.

[1] Naturwissenschaften **45**, 301—309 (1958). Koninklijke/Shell-Lab., Amsterdam (Holland). D. Jentzsch

Papierchromatographie. K. Krishnamurti und B. V. Dhareshwar[1] beschreiben in Anlehnung an frühere Arbeiten[2] eine neue *Arbeitsweise für die Papierchromatographie,* um scharfe, gerade und gefärbte Banden für die getrennten Ionen zu erhalten. Hierzu werden Streifen von Filterpapier (Whatman Nr. 1) in ein heißes Agar-Sol (2—4% ig) getaucht, das die notwendigen Reagentien zum Nachweis der einzelnen Ionengruppen enthält. Die Streifen werden nach einiger Zeit aus dem Sol herausgezogen, der Überschuß abgepreßt, so daß auf der Papieroberfläche eine dünne Solschicht entsteht, die beim Abkühlen zu einem Gel erstarrt. Die Papierstreifen werden dann 5 mm tief in die zu untersuchende Lösung (0,1 n für jedes Ion) getaucht. Nach 5 Std eignen sich die entstehenden Banden zur Auswertung mit einem Mikroskop. Zwischen der Entfernung d jeder Bande vom Startpunkt der Diffusion und der Löslichkeit S (Gramm Mol/Liter) des entsprechenden Niederschlags besteht eine quantitative Beziehung nach der Gleichung $d = a + b \log S$, in der a und b Konstanten sind. In einem Diagramm, in dem $\log S$ als Funktion von d aufgetragen ist, werden als Beleg die Ergebnisse an Silbersalzen anorganischer und

organischer Säuren gezeigt, die Meßpunkte liegen nach obiger Gleichung auf einer Geraden. Ähnliche Ergebnisse werden erhalten, wenn die Diffusion nur in einem Agar-Gel stattfindet. Ist die Schicht 3—4 mm dick, findet eine Aufspaltung der einzelnen farbigen Banden in feine Streifen statt (Liesegangsche Ringe). — Auf ähnliche Weise ist die Bestimmung der Löslichkeit und der Löslichkeitsprodukte schwerlöslicher anorganischer Verbindungen möglich. Auch der Hydratationsgrad gewisser Ionen soll so der Messung zugänglich werden.

[1] Nature (London) **181**, 766—767 (1958). Chem. Lab., College Sci., Nagpur (Indien). — [2] KRISHNAMURTI, K., and B. V. DHARESHWAR: Research (Nov. 1955). — KRISHNAMURTI, K., and P. VENKATARATNAM: Research (Feb. 1954). D. JENTZSCH

Zur Aufklärung der Frage, *ob bei der Papierchromatographie der gebildete Fleck der tatsächlichen Menge entspricht* oder ob Verluste eintreten, untersuchen CH. K. HORDIS und G. N. KOWKABANY[1] die Papierchromatographie von *Glucose* und *Arabinose*, die mit ^{14}C markiert sind. — Es wird festgestellt, daß der wirkliche Fleck wesentlich größer ist als der durch die Farbreaktion erkennbare. Der Verlust bei der Arabinose beträgt etwa 0,5%, der bei der Glucose 0,2%. Zur weiteren Klärung werden die Chromatogramme in Querstreifen zerschnitten, eluiert und erneut chromatographiert. Ein Teil der Radioaktivitäten entspricht den eingesetzten Zuckern, ein anderer Teil aber Unreinigkeiten, was auch aus anderen R_f-Werten hervorgeht. Die Aktivität des Fleckes in genügender Größe gemessen zeigt eine Gaußsche Verteilung. Für den Verlust besteht die Beziehung

$$\frac{Q}{Q_{\max}} = e^{-1/2\,T^2},$$

worin Q die Konzentration des Gelösten an bestimmter Stelle, $Q_{\max}$ die Maximale Konzentration und T der Abstand von Streifen Q zu Streifen $Q_{\max}$ bedeuten. Weil $\ln Q_{\max}$ eine Konstante ist, ist $\ln Q$ eine lineare Funktion von T^2, so daß die Gleichung $\ln Q - \ln Q_{\max} = {}^1/_2\,T^2$ gilt. Eine Verbindung der Zucker mit der Cellulose des Papiers erschien unwahrscheinlich, da die Zucker quantitativ herauslösbar waren. Weitere Untersuchungen werden angekündigt.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1210—1213 (1958). Catholic Univ. America, Washington (USA). B. ROSSMANN

In einem Bericht über Säure-Base-Titrationen in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln untersuchten A. S. KERTES und J. M. E. GOLDSCHMIDT[1] die Stabilität verschiedener Säuremaßlösungen (Trichloressigsäure, Salzsäure und Perchlorsäure) in den betreffenden Lösungsmitteln (Dioxan, Äthanol, Aceton und Benzol-Methanol [1:1]) und prüfen gleichzeitig, inwieweit eine potentiometrische Endpunktsbestimmung (unter Anwendung des Glas-Kalomel-Elektrodensystems) möglich ist und welche *Indicatoren* zur visuellen Endpunktbestimmung verwendet werden können. — *Ausführung der Titration.* 25 ml der 0,1 n Maßlösungen werden in einem 50 ml-Becher unter ständigem Rühren (Magnetrührer) mit 1 n wäßriger Natriumcarbonatlösung bis zum Äquivalenzpunkt titriert (Mikrobürette). Dabei soll die Bürettenspitze in die Lösung eintauchen. — Nach den mitgeteilten Titrationsergebnissen sind die 0,1 n Maßlösungen von Trichloressigsäure in Dioxan und Perchlorsäure in Äthanol oder Aceton über einen Zeitraum von mindestens 18 Tagen (Versuchsdauer) titerbeständig. Die 0,1 n Lösungen von Salzsäure in Äthanol oder Aceton und Perchlorsäure in Dioxan zeigen mit der Zeit kleine Abweichungen. In jedem Falle kann die Titration potentiometrisch durchgeführt werden. Von insgesamt 11 Indicatoren, die geprüft worden sind, haben sich *Kongorot* (Farbumschlag von Violettblau nach Orange) und *Indicator* von MOIR (Farbumschlag von Violett nach

Orange) in jedem Falle am besten bewährt, wobei Moirs Indicator der bessere der beiden ist. 2,4- und 2,6-*Dinitrophenol* zeigen scharfe Umschlagspunkte von Gelb in Farblos.

[1] Bull. Res. Counc. Israel, A **7**, 29–34 (1957). Hebrew Univ. Jerusalem (Israel).
K. Machner

Die Zusammenhänge zwischen physikalischen Konstanten und chemischer Struktur untersucht H. I. Waterman zusammen mit C. Boelhouwer und J. Cornelissen[1] mit Hilfe von graphischen und statistischen Methoden an *Mineralölen, Gläsern, Siliconen, Fetten* und bei *Katalysatorreaktionen*. Verf. wendet hierbei die bei seinen grundlegenden Arbeiten über die Bestimmung der Ringzahl von Mineralölen[2] erarbeiteten Untersuchungsmethoden auf die Untersuchung dieser Stoffgemische an. (Wegen genauer Einzelheiten muß auf die ausführliche Originalarbeit verwiesen werden, die über 100 graphische Darstellungen und Tabellen und 92 Literaturzitate aufweist.) Verf. überprüft die von ihm vorgeschlagene Gleichung über die Temperaturabhängigkeit der kinematischen Viscosität ν: $\log \nu = A/T^* + B$, wo A, B und X Konstanten sind. Diese Gleichung wird außer für Mineralöle auch für Silicone und Gläser bestätigt. Weitere Kapitel der Arbeit sind der rechnerischen und graphischen Behandlung katalytischer Prozesse gewidmet.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **18**, 395–509 (1958). Techn. Univ. Delft (Niederlande). — [2] Cornelissen, J., J. A. Waterman u. H. J. Waterman, Brennstoff-Chemie **39**, 84, 141 (1958); vgl. diese Z. **166**, 392 (1959). H. Wunderlich

Die Messung von Dialysegeschwindigkeiten zur Bestimmung von Molekulargewichtsdifferenzen und Verunreinigungen empfehlen H. Hoch und R. C. Williams[1]. Verff. verwenden besondere Dialysegefäße, die eine schnelle Bestimmung der Dialysegeschwindigkeit geringer Substanzmengen ermöglichen und geben Gleichungen an zur näherungsweisen Beschreibung der auftretenden Transportvorgänge durch die Membranen (Cellophanfolien) des Dialysegefäßes. Aus dem Verlauf der gewonnenen Kurven — Konzentrationsänderung als Funktion der Zeit — lassen sich Aussagen über Art und Größe vorhandener Verunreinigungen gewinnen. Ebenso lassen sich mit bekannten Substanzgemischen die Eigenschaften verschiedener Membranen bestimmen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1258–1262 (1958). Med. College Richmond, Va. (USA).
H. Wunderlich

Metallchelate. *Pyridinderivate*, die in Nachbarschaft zum Ringstickstoff geeignete Donatorgruppen enthalten (*Carboxyl, Aldehyd, Aldoxim, Amin, Oxymethylsulfonsäure, Thiocarbonsäureamid*), bilden nach H. Hartkamp[1] mit zahlreichen Metallionen Chelate, von denen einige wegen ihrer intensiven Färbung und wegen ihrer Stabilität zu photometrischen Bestimmungsverfahren verwendet werden können, z. B. das auch in starker Natronlauge beständige *Eisen(II)-chelat* mit *Pyridin-2,6-dialdoxim*. *Kobalt* bildet mit *Picolylamin* eine tiefblaue, luftempfindliche Verbindung. *Pyridin-2-aldehyd* geht in Gegenwart von *Aminoverbindungen* leicht in die entsprechenden Schiffschen Basen über, deren zum Teil intensiv gefärbte Metallchelate zum Nachweis und zur Bestimmung der Aminoverbindungen dienen können.

[1] Naturwissenschaften **45**, 211 (1958). Inst. Spektrochem. u. angew. Spektroskopie, Dortmund-Aplerbeck. H. Hartkamp

Indicator für komplexometrische Titrationen. Nach Sheau-Wei Kwauk[1] ist *Beryllon II* ein geeigneter Indicator. Beryllon II (8-Oxynaphthalin-3,6-disulfosäure-1-azo-2′(-1′,8′-dioxynaphthalin-3′,6′-disulfosäure) [Tetranatriumsalz] schlägt bei

p_H 10 von Blauviolett nach Violettrot um und kann zur Bestimmung der Gesamtsumme von Calcium und Magnesium in Dolomit, Kalkstein usw. herangezogen werden. Im Gegensatz zu Eriochromschwarz T bilden Aluminium, Eisen und Titan mit dem Indicator bei p_H 10 keine gefärbten Komplexe, so daß nach Zusatz von Kalium-Natriumtartrat Calcium und Magnesium in Gegenwart dieser Elemente mit ÄDTA bestimmt werden können.

[1] Acta chim. sinica **24**, 194—196 (1958) [Chinesisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Lab. Anshan Branch, Bureau Geol. Ministry Metallurg. Ind. (China). H. ZIMMER

Eine automatische Apparatur zur quantitativen Auftrennung von Gemischen mit Hilfe der Gegenstromverteilung beschreibt S. RAYMOND[1]. Die Apparatur (Abbildungen und genaue Konstruktionsangaben im Original) besitzt einen elektrisch gesteuerten Antrieb und eine Extraktionskolonne mit Spezialgläsern, die auf engstem Raum zusammengefaßt werden können. Sie ist sehr stabil und eignet sich für die routinemäßige Anwendung der Gegenstromverteilung.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1214—1216 (1958). Univ. New York, N.Y. (USA).
K. MACHNER

Ein Hochfrequenztitrationsgerät mit Brückenschaltung beschreiben V. A. ZARINSKIJ und D. I. KOŠKIN[1]. Mit Hilfe des Gerätes (Blockdiagramm, Prinzipschaltung und Abbildung siehe Original) lassen sich Titrationen im Konzentrationsbereich von 0,5—0,001 Äquiv./l durchführen (z. B. die Bestimmung von Phenolen, Kresolen, anorganischen und organischen Säuren; näher beschrieben ist die *Bestimmung von Ammoniak in wäßrigen Suspensionen von Latex* durch Titration mit Salzsäure). Ebenso können Titrationen in nichtwäßrigen Medien durchgeführt werden (z. B. die *Titration von Monochlorphenol* in Aceton/Wasser mit acetonischer NaOH-Lösung, oder die Bestimmung von o-Nitranilin in Eisessiglösung durch Zugabe von 0,4 n Perchlorsäurelösung in Eisessig im Überschuß und Rücktitration mit 0,2 n Natriumacetatlösung in Eisessig).

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 289—293 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Vernadski-Inst. Akad. Wiss. Moskau (UdSSR). H. WUNDERLICH

IV. Spezielle analytische Methoden

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Die Bestimmung von Quecksilberoxycyanid kann nach F. P. WILSON, P. H. B. INGLE und C. G. BUTLER[1] maßanalytisch durchgeführt werden, indem man auf Grund der Reaktion mit Salzsäure bei Gegenwart von Kaliumthiocyanat bzw. Kaliumjodid und Formaldehyd erst das Quecksilberoxyd, dann das Quecksilbercyanid titriert. — *Arbeitsweise.* Man löst 0,5 g der Probe in 50 ml Wasser, erhitzt zum Sieden, kocht 10 min, kühlt ab auf 20° C (ohne zu schütteln), gibt dann 1 g Kaliumthiocyanat zu und titriert mit 0,1 n Salzsäure unter Verwendung von Phenolrot als Indicator bis zum Farbumschlag nach Gelb (1 ml 0,1 n Salzsäure entspricht 10,83 mg HgO). Anschließend gibt man 4 g Kaliumjodid zu, versetzt mit 2 ml deionisierter Formaldehydlösung (man filtriert den Formaldehyd durch einen basischen Ionenaustauscher, z. B. De-Acidite G bzw. FF) und titriert erneut mit 0,1 n Salzsäure bis zum Farbumschlag des Indicators [1 ml 0,1 n Salzsäure entspricht 12,63 mg $Hg(CN)_2$]. Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den erwarteten Werten.

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **10**, 442—446 (1958). Bradford Inst. Technol. (England). K. MACHNER

Komplexometrische Bestimmung von Wismut in pharmazeutischen Präparaten. F. Buben und J. Körbl[1] geben folgende *Arbeitsvorschrift*. Etwa 0,2 g einer anorganischen basischen Wismutverbindung (Nitrat, Carbonat) werden in 5 ml Salpetersäure (1:1) gelöst, mit Wasser auf 200—300 ml Volumen verdünnt und mit Hilfe von *Xylenolorange* oder *Methylthymolblau* als Indicator mit 0,05 m ÄDTA-Lösung bis zum Farbumschlag titriert. Im Falle der organischen Wismutsalze (Salicylat, Gallat, Jodogallat, Tribromphenolat) muß man etwa 0,3 g des Musters mit 2 ml Salpetersäure (1:1) und mit 2 ml Perchlorsäure 5—15 min zur Entfärbung kochen, abkühlen, mit Wasser auf 200—300 ml verdünnen und titrieren. Diese Methode wird für die neue Ausgabe des Tschechoslowakischen Arzneibuches empfohlen.

[1] Českoslov. Farmac. **7**, 78—79 (1958) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Forschungsinst. Pharmaz. Biochem. Prag (ČSR). Z. Stejskal

Nach V. Suk, O. Koldinský und M. Malát[1] ermöglicht die Selektivität der Bestimmung mit Brenzcatechinviolett als Indicator die Bestimmung von Wismut in Anwesenheit von anderen oft benutzten Arzneistoffen. So werden z. B. *Wismut und Magnesium nebeneinander* wie folgt bestimmt. Man löst in Salpetersäure und titriert bei p_H 2—3 (mit Ammoniak einstellen!) mit ÄDTA-Lösung in Anwesenheit von Brenzcatechinviolett. Dann setzt man zur Mg-Bestimmung einen geeigneten ÄDTA-Überschuß und soviel Ammoniak zu, daß die gelbe Lösung blau wird, versetzt mit 10 ml Pufferlösung (54 g NH_4Cl + 350 ml 25%iges Ammoniak + dest. Wasser auf 1000 ml) und Eriochromschwarz T und titriert den Komplexonüberschuß mit 0,05 m Magnesiumnitratlösung zurück. — Zur Bestimmung von *Wismut neben Quecksilber* beseitigt man den störenden Einfluß des zweiwertigen Quecksilbers mit Ascorbinsäure. In einer anderen Einwaage werden Hg und Bi zusammen bestimmt. Die Differenz in Millilitern der verbrauchten Lösung entspricht dem Quecksilbergehalt.

[1] Českoslov. Farmac. **7**, 249—251 (1958) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Institut anal. Chem., Karlsuniv. Prag (ČSR). Z. Stejskal

G. C. Minola und B. Rocchi[1] empfehlen *zur komplexometrischen Bestimmung von Bi und Mg und von Bi und Zn in pharmazeutischen Präparaten* folgende *Arbeitsweise*. Die Probe mit etwa 0,05 g Bi und 0,05 g Mg oder Zn wird in Wasser und etwas Salpetersäure gelöst und auf 10—15 ml verdünnt. Unlösliche organische Substanzen verascht man vorsichtig unter Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure. Man versetzt die Lösung mit Ammoniak bis zur schwachen Opalescenz, verdünnt auf 50 ml und stellt mit Perchlorsäure auf p_H 1,5—2 ein. Dann titriert man mit 0,05 m ÄDTA-Lösung bis zum Verschwinden der Gelbfärbung, kontrolliert den p_H-Wert und stellt ihn gegebenenfalls wieder mit Perchlorsäure ein. Die Lösung macht man mit Ammoniak alkalisch, filtriert den Wismutniederschlag ab, wäscht und titriert im Filtrat mit ÄDTA-Lösung entweder direkt oder gibt einen Überschuß davon hinzu, den man mit eingestellter Calciumsalzlösung zurücknimmt. Als Indicator dient Eriochromschwarz T.

[1] Boll. chim. farmac. **97**, 272—274 (1958). Lab. Controllo Carlo Erba S.p.A., Milano (Italien). G. Denk

Zur Messung des Alkoholgehaltes extrakthaltiger Flüssigkeiten hat J. Krutzsch[1] einen Apparat konstruiert, den er *Alkrumeter* nennt. Der Apparat wird wie folgt beschrieben: Auf einem Holzsockel steckt ein nicht brennbarer Zylinder, in dem eine Glühlampe untergebracht ist. Der zugehörige Schalter befindet sich auf dem Sockel. In zwei Ausschnitten des Zylinders hängt ein Glasgefäß von etwa 100 ml Inhalt, an dem ein Steigrohr mit 3 Ringmarken *K*, *L* und *M* und ein Glashahn

angebracht sind. Mit Hilfe eines Schliffes steckt auf dem Gefäß ein Thermometer. In das Glasgefäß wird die alkoholhaltige Flüssigkeit bis zum unteren Ende des Schliffhalses eingefüllt. Die Messung beruht auf der Ausdehnung der Flüssigkeit durch die Erwärmung und Ablesung der Temperatur bei den Marken *L* und *K* nach Einstellen der Flüssigkeitshöhe auf die Marke *M* bei 29° C. Aus der Differenz der beiden Temperaturen wird in einer Tabelle der Alkoholgehalt in Volumenprozenten und Gewichtsprozenten und auch die Alkoholzahl nach dem DAB abgelesen. Für Liköre mit hohen Extraktgehalten wird mit dem Alkrumeter der scheinbare Alkoholgehalt ermittelt. Außerdem muß mit einem vom Verf. entwickelten Dichtemesser oder auf übliche Weise die Dichte gemessen werden. Mittels einer Likörtafel wird dann der wahre Alkoholgehalt abgelesen. Es gibt je eine Likörtafel für Fruchtsaftliköre, Nichtfruchtsaftliköre von 28—45 Vol-% und Nichtfruchtsaftliköre von 40 bis 50 Vol-%. Bei Likören mit unbekannten Grundstoffen können die Alkrumetermessungen geringe Abweichungen zeigen, die sich durch einen Korrekturwert ausgleichen lassen. Außerdem läßt sich das Alkrumeter bei wissenschaftlichen Messungen der Wärmeausdehnungszahl von Flüssigkeiten verwenden.

[1] Dtsch. Apotheker-Ztg. **1958**, 609—610. B. Rossmann

Ätherische Öle. *Zur Analyse von phenolhaltigen ätherischen Ölen* empfiehlt M. I. Blake[1] die potentiometrische Titration des Phenols mit in Benzol/Methanol gelöstem Natriummethylat nach folgender *Vorschrift. 0,1 n Natriummethylatlösung:* 5 g reines Natrium werden langsam in 100 ml absol. Methanol im Eisbad gelöst. Dann gibt man noch 150 ml absol. Methanol und 1500 ml wasserfreies Benzol hinzu. (Diese Lösung ist vor Feuchtigkeit und Kohlendioxyd geschützt aufzubewahren.) — *Bestimmung.* Etwa 30 ml Lösungsmittel (Dimethylformamid, Acetonitril oder Äthylendiamin) werden in das Titriergefäß eingefüllt, mit 3 Tropfen gesättigter Azoviolettlösung (p-Nitrobenzoazoresorcin) versetzt und bis zum Auftreten der klaren blauen Farbe des Indicators mit 0,1 n Natriummethylatlösung titriert. Dann gibt man die abgewogene Probe hinzu — etwa 1—2 Milliäquivalenten Phenol entsprechend — und titriert unter Luft- und Feuchtigkeitsausschluß potentiometrisch bis zum Endpunkt. Die mitgeteilten Analysenergebnisse zeigen eine Streuung von 0,06—0,46% abs. Der Vorteil dieser Methode gegenüber dem gebräuchlichen Verfahren (Extraktion aus alkalischer Lösung) liegt im geringen Substanzverbrauch und der kurzen Analysendauer.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 400—402 (1958). Agricult. College Fargo, N. D. (USA). H. Wunderlich

Chromatographie ätherischer Öle. B. J. Frydman, A. L. Montes und A. Troparevsky[1] beschreiben ein Verfahren, bei dem aufsteigend auf aktivierten Kieselsäureplatten mit Petroläther-Äthylacetatgemisch chromatographiert wird und zur Entwicklung Reagentien angewendet werden, die auch die Identifizierung von Substanzen mit gleichen oder ähnlichen R_f-Werten gestatten. 0,1 ml oder weniger Probe genügen, um einen guten Überblick über Art und Zahl der Bestandteile des ätherischen Öls zu erhalten. Die R_f-Werte von 34 in ätherischen Ölen vorkommenden Stoffen und die Analysen von 20 Gemischen davon sind mit den zur Identifizierung verwendeten Reagentien in Tabellen zusammengestellt. — *Ausführung.* Man bereitet aus 30 g Kieselsäure (200 Maschen, Teilchengröße 74 μ und weniger) und 3 g Stärke mit 54 ml Wasser einen Brei, den man einige Minuten im Wasserbad auf 85° C erhitzt. Während des Abkühlens rührt man noch 10 ml Wasser ein und trägt dann die Paste auf Glasplättchen (20 × 11 × 0,3 cm) auf. Man trocknet 30 min bei 110° C, aktiviert 1 Std im Vakuum (0,5—1 mm Hg-Druck) in Gegenwart von festem Kaliumhydroxyd und behandelt anschließend 10 min mit trockener Luft. Die ätherischen Öle werden als Lösungen in Äthyläther auf die vorbehandelten

Plättchen aufgetragen. Es wird dann mit einem Gemisch von Petroläther(Kp 60 bis 70° C) mit 15% Äthylacetat 90 min chromatographiert, wobei die Laufstrecke etwa 15 cm beträgt. (Für Kohlenwasserstoffe dient n-Hexan als Laufmittel). Identifizierungsreaktionen: 1. Zur Identifizierung von Doppelbindungen besprüht man das trockene Chromatogramm mit verdünnter Fluoresceinlösung und setzt es dann Bromdämpfen aus. Infolge Eosinbildung färbt sich das Papier rot, an den Stellen, an denen sich ungesättigte Verbindungen befinden, bleibt das Papier infolge Bindung des Broms durch die ungesättigten Verbindungen gelb. Die Flecken heben sich bei Beobachtung im UV-Licht besonders deutlich ab. — 2. Man setzt der Chromatographiermasse einen fluorescierenden Stoff, z. B. Cadmiumsulfid mit Zinksilicat oder Morin, Rhodamin oder dergleichen zu. In dem trockenen Chromatogramm erscheinen dann im UV-Licht die Flecken entweder dunkel oder mit abweichender Farbe fluorescierend. — 3. Man besprüht das getrocknete Chromatogramm mit konz. Schwefelsäure oder mit einem Gemisch dieser Säure mit 10% Salpetersäure. — 4. Besprühen mit einer 0,3%igen Lösung von Bromkresolgrün in 80%igem Methanol dient zum Nachweis freier Säuren. — 5. Carbonylverbindungen (Aldehyde, Ketone) werden durch Besprühen mit einer Lösung von 2,4-Dinitrophenylhydrazin in 2 n Salzsäure an der Gelb- bis Dunkelrotfärbung erkannt. — 6. Zur Identifizierung von Alkoholen (Linalool, Nerol, Citral) läßt man auf den Substanzfleck vor dem Chromatographieren eine gesättigte Lösung von Chromsäure einwirken, chromatographiert sofort und weist die nun entstandenen Carbonylverbindungen mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin wie oben nach. — 7. Beim Besprühen mit alkoholischer SudanIII-Lösung geben Terpene und andere Verbindungen orangefarbene, intensiv rote oder rosarote Färbungen, mitunter entstehen auch weiße Flecken auf dem rosa Untergrund. — 8. Man behandelt den aufgetragenen Probetüpfel vor dem Chromatographieren mit konz. Schwefelsäure und entwickelt das Chromatogramm dann sofort mit Hexan, wobei sich nur die entstandenen Kohlenwasserstoffe bewegen.

[1] An. Asoc. Quím. argent. **45**, 248—256 (1957). Univ. Nacional Buenos Aires (Argentinien). IRMGARD PFITZER

In einer weiteren Mitteilung zeigen B. J. FRYDMAN, A. L. MONTES und A. TROPAREVSKY[1] die Anwendung der oben beschriebenen chromatographischen Methode für die *Untersuchung industriell interessierender Öle.* Eine Tabelle gibt Aufschluß über die untersuchten Stoffe, die ermittelte Zahl der Bestandteile und die R_f-Werte. Es wird ein Vergleich mit Literaturangaben durchgeführt. Als sehr nützliche Reagentien erweisen sich Schwefelsäure mit 10% Salpetersäure, Sudan III, Fluorescein mit Brom und 2,4-Dinitrophenylhydrazin. Ein großer Vorteil des chromatographischen Verfahrens ist der geringe Probenbedarf (25—50 μg).

[1] An. Asoc. Quím. argent. **45**, 257—260 (1957). IRMGARD PFITZER

B. J. FRYDMAN, A. L. MONTES und A. TROPAREVSKY[1] wenden die Methode auch zur *Chromatographie wenig oder nicht bekannter argentinischer Öle* an. Für 20 verschiedene Substanzen sind die Untersuchungsergebnisse tabellarisch zusammengefaßt. Es zeigt sich, daß die neue Methode auch hier wichtige Hinweise für die Zusammensetzung geben kann und richtungsweisend für weitere Untersuchungen sein dürfte.

[1] An. Asoc. Quím. argent. **45**, 261—264 (1957). IRMGARD PFITZER

Die Identifizierung von β-Sitosterol in Chaksu-Öl beschreiben I. SEN GUPTA und E. MOSETTIG[1]. Über eine unverseifbare Fraktion aus Chaksu-Öl, das aus Samen von Cassia absus erhalten wird, wurde schon früher von I. SEN GUPTA u. Mitarb.[2] berichtet. Diese Fraktion wurde nun noch einige Male aus Methanol

umkristallisiert und dann (130 mg) an 4 g Aluminiumoxyd „Woelm, nicht alkalisch, fast neutral" chromatographiert. Die Elution mit Petroläther ergab 3,2 mg einer Substanz mit einem Fp 50—58° C. Die Hauptfraktion (118 mg) erhielt man durch Elution mit Benzol-Chloroform (60:40). Nach 2maliger Rekristallisation aus Methanol hatte die so dargestellte Substanz einen Fp 135—136° C, $[\alpha]_D^{20}$ —32,5°, λ_{Max} 262, 270, 282, 292, ε 118, 160, 170, 100, was etwa 1% 5,7-Dien entspricht. Das mit Pyridin-Eisessig dargestellte Acetat hatte nach Umkristallisation aus Methanol einen Fp 127—128° C, $[\alpha]_D^{20}$ —39,1°. Da diese Daten, sowie die Elementaranalysen mit denen von β-Sitosterol übereinstimmten, wurde die Identität des gefundenen Stoffes mit diesem Steroid angenommen. Auch das Benzoat und das 3,5-Dinitrobenzoat gaben die erwarteten Daten.

[1] J. Indian chem. Soc. **35**, 210—211 (1958). Nat. Inst. Health, Bethesda, Md. (USA). — [2] Res. Bull. Panjab Univ. **48**, 63 (1954). H. PELZER

N-Nitroso-N-methylharnstoff (I) ist nach F. JANČÍK, B. KAKÁČ, V. VANÍČEK und M. VRUBLOVSKÁ[1] titrimetrisch und polarographisch mit großer Genauigkeit bestimmbar. Die Titration beruht auf der Zersetzung von I nach der Reaktion $CH_3N(NO)CONH_2 + NaOH \rightarrow CH_2N_2 + NaCNO + 2H_2O$. — *Titration.* 150 bis 200 mg I wägt man in einen 150 ml-Meßkolben ein und fügt 25 ml 0,1 n Natronlauge aus der Bürette zu. Man schwenkt bis zur völligen Auflösung und zum völligen Sistieren der Diazomethan-Entwicklung (Abzug!). Nach Zugabe einiger Tropfen Phenolphthaleinlösung titriert man die unverbrauchte Lauge mit 0,1 n Schwefelsäure zurück. 1 ml 0,1 n Natronlauge entspricht 10,3086 mg I. — Das *polarographische Verhalten* von I wird im p_H-Bereich von 2—8 (McIlvain-Puffer) untersucht. I liefert im ganzen Bereich eine einzige, gut definierte Reduktionsstufe, deren Halbstufenpotential eine Funktion des p_H-Wertes ist. Hauptsächlich in sauren Bereichen ist die Reduktionsstufe von einer kleineren, negativeren Stufe vermutlich katalytischen Charakters begleitet, die sich leicht durch Zusatz von wenig Gelatine beseitigen läßt. Bei p_H 7—8 wäre die Form der Reduktionskurve zur Messung der Stufenhöhe am bequemsten, aber schon bei p_H 7 beginnt die I-Zersetzung. Es wird eine Pufferlösung von p_H 5 benutzt, da in ihr I genügend lange haltbar ist. Man reduziert bei einem Halbstufenpotential von —0,98 V. — Zur *Ausführung* löst man 40 mg I in 100 ml Wasser. 0,2—1,0 ml dieser Lösung versetzt man im 10 ml-Meßkolben mit 5 ml Puffer- (p_H 5) und 0,5 ml 0,2%iger Gelatinelösung sowie Wasser bis zur Marke. Man läßt Wasserstoff oder Stickstoff durchströmen und registriert die Kurve bei kathodischem Anschluß an einen 4 Volt-Akkumulator ab —0,4 V. Unter diesen Bedingungen ist die Stufenhöhe von der I-Konzentration vollkommen linear abhängig. Die Bestimmung ist wegen der geringen Stabilität verdünnter I-Lösungen binnen 30 min vorzunehmen. Man beugt dieser Zersetzung durch Benutzung eines 1:5 mit Wasser verdünnten p_H-Puffers zur Bereitung auch solcher Stammlösungen vor. — Alle Stabilitätsuntersuchungen ergeben, daß die Zersetzung von I im festen Zustand hauptsächlich von der Temperatur und dem Feuchtigkeitsgehalt, in Lösung vom p_H-Wert abhängt. — Das Verfahren eignet sich zur Bestimmung der Stabilität und der Lagerfähigkeit von N-Nitroso-N-methylharnstoff.

[1] Chem. Listy **52**, 909—914 (1958) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. Pharmazie, Biochemie, Prag (ČSR). H. FREYTAG

Den Hydroxylgruppen-Gehalt von Polyoxypropylenglykolen (P-G) bestimmt man nach einem von E. H. VOGELENZANG und D. J. STÖVER[1] ausgearbeiteten Verfahren. — *Arbeitsweise.* In einen trockenen Erlenmeyer-Schliffkolben wägt man etwa $^1/_2$ Millimol des P-G genau ein (a g), dann fügt man 200 ml einer Lösung von

1 g etwa 90%iger schwefelsäurefreier p-Toluolsulfosäure in 30 ml Eisessig, der man 5 ml 98—100%iges Propionsäureanhydrid zugesetzt hat, zu, mischt durch Umschwenken und läßt 30 min lang bei 20° C stehen. Dann gibt man genau 30 ml einer Lösung von 9,3 g frisch destilliertem Anilin in über Calciumchlorid getrocknetem und destilliertem Benzol zu 1000 ml zu, versetzt nach 15 min den Ansatz mit einigen Tropfen einer 0,1%igen Lösung von Kristallviolett in wasserfreiem Eisessig und titriert mit 0,1 n Perchlorsäurelösung (siehe unten) bis zum Farbumschlag von Blaugrün nach Grün (*n* ml). Ebenso führt man eine Titration der Reagentien ohne P-G durch (*N* ml). Der Gehalt des P-G an OH-Gruppen berechnet sich aus der Formel: $(n - N)/100 \times a$. Zugleich muß eine Bestimmung des Wassergehaltes des P-G nach Fischer durchgeführt werden. — *0,1 n Perchlorsäurelösung:* Man füllt eine Mischung von 8,5 ml 72%iger Perchlorsäure, 900 ml Eisessig und 30 ml Acetanhydrid mit Eisessig auf 1000 ml (im Original 100 ml, Ref.) auf und läßt 24 Std lang stehen. Danach setzt man gegebenenfalls überschüssiges Acetanhydrid mit Hydroxylamin zu Hydroxamsäure um. Die Einstellung der 0,1 n $HClO_4$-Lösung erfolgt nach bekanntem Verfahren gegen Kaliumhydrogenphthalat.

[1] Pharmac. Weekbl. **93**, 550—555 (1958) [Holländisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Rijksuniv. Leiden (Holland). K. Söllner

Die argentometrische Bestimmung von N-Methyl-cyclohexenyl-methylbarbitursäure (Evipan) (I) und Phenyläthylbarbitursäure (Luminal) (II) ist nach G. Vastagh und E. Szabolcs[1] unter folgenden Bedingungen ausführbar: *I.* Man versetzt 0,10—0,12 g I mit 1 ml 2,4%iger Natronlauge und 10 ml Pufferlösung von p_H 8,80 (siehe unten), löst unter Erwärmen auf und titriert mit 0,1 n Silbernitratlösung bis zum Auftreten einer bräunlichen Trübung. 1 ml 0,1 n Silbernitratlösung entspricht 0,047252 g I. *I-Na.* Man wägt 0,1—0,2 g I-Na in einem Wägeglas ab (hygroskopisch!), spült es mit 5 ml Wasser in einen Erlenmeyer-Kolben, versetzt mit 10 ml Pufferlösung und titriert mit 0,1 n Silbernitratlösung bis zur beginnenden Trübung. 1 ml der Maßlösung entspricht 0,05165 g I-Na. — *II-Na.* Man löst 0,13—0,15 g II-Na in 10 ml Wasser, versetzt mit 10 ml Pufferlösung von p_H 7.8 und titriert mit 0,1 n Silbernitratlösung wie oben. 1 ml entspricht 0,050844 g II-Na. *II.* Man löst 0,10—0,15 II in 1,5 ml 5%iger Natronlauge, gibt 20 ml aldehydfreien konz. Alkohol zu und titriert mit 0,1 n Silbernitratlösung bis zur bleibenden gelben Farbe. 1 ml der Maßlösung entspricht 0,023223 g II. Auf die gleiche Weise kann II-Na ermittelt werden, wobei das Äquivalent 0,025422 g II-Na beträgt. Das letztgenannte Verfahren kann auch zur Bestimmung von II in Kombinationspräparaten angewandt werden, selbst wenn diese die Hydrochloride z. B. von Alkaloiden enthalten. Störend wirken dagegen Bromide, Phosphate, Theophyllin, Theobromin, Phenacetin und Acetylsalicylsäure. — *Pufferlösung, p_H 8,80:* Man füllt 0,3092 g Borsäure, 0,5055 g Kaliumnitrat, 21,30 ml 0,1 n Natronlauge mit Wasser zu 100 ml auf; *Pufferlösung, p_H 7,8* wie vorher, jedoch unter Zusatz von 3,97 anstatt 21,30 ml 0,1 n Natronlauge.

[1] Arzneimittel-Forsch. 8, 355—358 (1958). Staatl. Inst. Hyg., Budapest (Ungarn). K. Söllner

Die Abtrennung von Phenylcinchonylsäure (PCS) aus einem Gemisch mit Acetylsalicylsäure, Natriumhydrogencarbonat, Coffein, Hexamethylentetramin und Milchzucker und ihre Bestimmung führen W. Kamp und J. W. Kampman[1] nach folgendem *Verfahren* durch. Man extrahiert das gepulverte Analysenmaterial mit wäßriger Natriumcarbonatlösung und dampft das Filtrat auf dem Wasserbad bis zur Trockne ein. Den Abdampfrückstand löst man unter Erwärmen bis nahe zum Sieden in etwas Eisessig und fügt unter dauerndem Schütteln einen gemessenen Überschuß 0,1 n Jodlösung zu, wobei eine schwarze Fällung von der Zusammensetzung $(C_{16}H_{11}O_2N)_2 \cdot HJ \cdot J_3$ entsteht. Nach dem Abkühlen des Reaktionsansatzes

füllt man diesen auf ein bestimmtes Volumen auf und bestimmt in einem aliquoten Teil des Filtrates den Jodüberschuß mittels Natriumthiosulfatlösung. 1 g-Äquivalent Jod entspricht $^2/_3$ Mol Phenylcinchonylsäure.

[1] Pharmac. Weekbl. **93**, 545—549 (1958) [Holländisch] (Mit engl. Zus.fass.). Rijksuniv. Utrecht (Holland). K. Söllner

Die fluorimetrische Bestimmung von 7-Geranoxycumarin in Citronenöl bietet eine Möglichkeit, Grapefruitöl in Citronenöl nachzuweisen, da 7-Geranoxycumarin nur in Grapefruit- aber nicht in Citronenöl vorkommt. S. H. Vannier und W. L. Stanley[1] haben ein entsprechendes Verfahren ausgearbeitet. Allerdings hat die angeführte Verbindung mit 5-Geranoxy-7-methoxycumarin, einem Bestandteil des Citronenöls, einige wesentliche Eigenschaften gemein. So zeichnen sich beide Substanzen durch Fluorescenz im UV-Licht aus und wandern bei der Chromatographie auf Glasstreifen (chromatostrips) mit gleicher Geschwindigkeit. Jedoch liefert die Ätherspaltung Phenole mit verschiedenen spektralen Eigenschaften in alkalischer Lösung. 7-Oxycumarin fluoresciert, 5-Oxycumarin dagegen nicht. — *Arbeitsweise.* 0,05 ml des zu untersuchenden Öls wird auf entsprechend vorbereitete Glasstreifen (diese Arbeitsweise entspricht der Dünnschichtchromatographie) aufgebracht und durch ein aufsteigendes Gemisch von Äther-Petroläther (1 + 3) getrennt. Die fluorescierenden, die genannten Substanzen enthaltenden Flecken werden abgeschabt und die Substanzen mit 2,5 ml 20%iger Salzsäure eluiert. Die Lösung wird 15 min auf dem Wasserbad erhitzt und 3 mal mit 1 ml Chloroform extrahiert. Man dampft im Stickstoffstrom ein und verseift mit 8 ml 75%igem Äthanol und 2 ml 5%iger äthanolischer Kalilauge. Die Fluorescenz dieser Lösung wird bestimmt und an Hand von Standardkurven ausgewertet.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **41**, 432—435 (1958). Fruit Vegetable Chem. Lab., Dep. Agric., Pasadena, Calif. (USA). L. Acker

Über die papierchromatographische Identifizierung von Anthrachinon-Drogen berichten H. Auterhoff und N. Maiss[1]. — *Durchführung.* Die Papierchromatographie wird absteigend mit Schl. & Sch.-Papier 2043 b Mgl durchgeführt. Das Papier wird zuvor mit 5%iger $Na_2CO_3 \cdot 10\,H_2O$-Lösung gleichmäßig durchtränkt und wieder getrocknet. Als Fließmittel wird 78%iger Alkohol (100 g 96 Vol-%ig · Äthanol + 30 g Wasser) verwendet. Bei 20° C benötigt das Fließmittel für eine Laufstrecke von 45 cm ungefähr 14 Std. Zur Herstellung der *Drogenauszüge* werden 100 mg Droge mit 5 ml Methanol kurz aufgekocht oder 4 Std bei Raumtemperatur mazeriert. Nach der Filtration werden einige Tropfen auf das Papier aufgetragen. Zur *Hydrolyse* werden 100 mg Droge mit 3 ml 10%iger methanolischer Salzsäure 30 min unter Rückfluß gekocht. Man verdünnt mit etwa 5 ml Wasser, schüttelt mit 10 ml Äther aus, filtriert und trägt vom Filtrat etwa 0,5 ml auf. Die schematischen Chromatogramme für 19 Drogen sind aufgezeichnet. — Es wurden untersucht: *Aloe; Aloe, hydrolysiert; Cascara; Cascara, hydrolysiert; Frangula; Frangula, hydrolysiert; China-Rhabarber; China-Rhabarber aus deutscher Kultur; Rhapontik-Rhabarber; China-Rhabarber, hydrolysiert*; *Rhapontik-Rhabarber, hydrolysiert*; *Senna; Senna, hydrolysiert; Morinda citrifolia; desgl., hydrolysiert;* Abführpillen-Handelspräparat mit *Phenolphthalein*; Abführpillen-Handelspräparat mit *Phenolphthalein*, hydrolysiert; *Aloe-Emodin* (R_f 0,67), *Frangula-Emodin* (0,76), *Phenolphthalein* (0,86); *Morindin* (Glykosid 0,5), *Istizin* (0,77), *Anthron* (0,95). Besonders geeignet ist die Methode zur *Bestimmung von Phenolphthalein neben Antrachinondrogen*, da die entsprechenden Flecke mit Wasser/Alkohol/Lauge eluiert werden können und durch Messung der Extinktion der ungefähre Phenolphthaleingehalt einfach zu ermitteln ist.

[1] Dtsch. Apotheker-Ztg. **1958**, 659—660. Univ. Tübingen. B. Rossmann

Bei der Papierchromatographie N-substituierter Phenthiazine erhält man nach R. L. TABAU und J. P. VIGNE[1] gut reproduzierbare R_f-Werte (Tabelle im Original), wenn man im absteigenden Verfahren auf Whatman-Papier Nr. 1 mit einem frisch angesetzten Laufmittel aus Aceton, 1 m Natriumacetatlösung und 1 m Essigsäure (10:20:5) arbeitet. Zum Nachweis der Substanzen im Chromatogramm werden folgende Verfahren vorgeschlagen: 1. Räuchern mit Jod- oder Bromdämpfen (Nachweisgrenze 10 μg/cm²); 2. Besprühen mit Jodowismutatreagens (rotorange Flecken auf gelblichem Grund, Nachweisgrenze 20 μg/cm²); 3. Fluorescenz bzw. Fluorescenzlöschung; 4. Photographie im UV-Licht (2537 Å) (Nachweisgrenze 5 μg/cm²). — Die verschiedenen Derivate können von größeren Mengen des Stammkörpers Phenthiazin ($R_f = 0$) abgetrennt werden.

[1] Bull. Soc. chim. France **1958**, 458. Lab. Isotop., Centre Lutte contre Cancer, Marseille (Frankreich). H. HARTKAMP

Ein neues maßanalytisches Verfahren zur Bestimmung von N-Alkylaminoderivaten des Phenthiazins arbeiteten G. DUŠINSKÝ und O. LIŠKOVÁ[1] aus. Das Verfahren beruht darauf, daß bei Oxydation mit Permanganat, Dichromat, Bromat, Cer(IV)-sulfat, Chloramin T, Jod und Hexacyanoferrat(III) eine rotgefärbte Verbindung entsteht, deren Absorptionsmaximum sich bei 520 mμ befindet. Bei weiterer Oxydation tritt Entfärbung ein, bildet sich gelegentlich eine gelbgefärbte Lösung. Von allen genannten Oxydationsmitteln reagieren nur Cer(IV)-sulfat und Bromat (in Gegenwart von Bromid) quantitativ und stöchiometrisch. Bei optimalen Aciditätsverhältnissen entspricht der Verbrauch eines Äquivalents des Oxydationsreagenses der Färbung, der Verbrauch von 2 Äquivalenten der Entfärbung. Durch elektrochemische Anzeige und durch das Verhalten der Phenthiazine als Autindicatoren ist ihre Bestimmung auch neben N-haltigen heterocyclischen Stoffen möglich. Die neue Methode wurde an *3-Chlor-N-(3'-dimethylaminopropyl)-phenthiazin-hydrochlorid* (*Chlorpromazin, Largactil*, I), *N-(2'-diäthylaminoäthyl)-phenthiazinhydrochlorid* (*Diparcol, Deparkin*, II) und *N-(2'-dimethylaminopropyl)-phenthiazin* (*Phenergan*, III) erprobt. Die potentiometrische Titration wird unter Benutzung einer Indicatorelektrode aus Platin (0,5×1,0 cm) und einer gesätt. Kalomel-Bezugselektrode vorgenommen. Zur Dead stop-Titration dienen Pt-Nadelelektroden von 0,6 mm ⌀ und 0,8 cm Länge. Die spektrophotometrische Titration wird mit dem Coleman jr.-Spektrophotometer, Modell 6 (New York) durchgeführt. Die potentiometrischen, mit Cer(IV)-sulfat und Bromat erhaltenen Titrationskurven weichen von den üblichen cerimetrischen und bromatometrischen Kurven erheblich ab. Im Augenblick der Rotfärbung steigt das Potential auf +620 mV, bei Verbrauch zweier Äquivalente sinkt der Wert, um bei weiterem Oxydationsmittelzusatz wieder anzusteigen. Die mittels der Dead stop-Methode bei 200 mV konstanter Polarisationsspannung erhaltene Kurve besitzt bei der Rotfärbung ein Maximum. Nicht so deutliche Abhängigkeit zeigt die Extinktion bei 520 mμ vom Verbrauch der Maßflüssigkeit. — *Zur Ausführung* löst man 0,01—0,1 g Substanz in 20—30 ml dest. Wasser und versetzt zur Schaffung optimaler Aciditätsbedingungen mit soviel Säure, daß für die cerimetrische Titration die Lösung von I 0,1—1 n, von II 1,0 bis 1,5 n und von III 1,2—1,4 n an Schwefelsäure, für die bromatometrische Titration in allen Fällen 2—3 n an Salzsäure ist. Man titriert bis zur Entfärbung der rotgefärbten Lösung. Vor der bromatometrischen Titration fügt man 5 ml einer 10%igen Kaliumbromidlösung zu. 1 ml 0,1 n Cer(IV)-sulfat- oder 1,0 n Kaliumbromatlösung entsprechen 0,0177 g I, 0,0167 g II und 0,0160 g III. Die Genauigkeit der Methode ist durch Abweichungen von −0,4 bis +0,3% bei I, von +0,2 bis +0,7% bei II und von +1,6 bis +2,0% bei III gekennzeichnet.

Coffein, Amphetamin, Codein, Barbiturate, Milchzucker und *Stärke* stören die Bestimmung nicht.

[1] Chem. Zvesti **12**, 213—220 (1958) [Slowakisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Staatl. Inst. Arzneimittelkontrolle Bratislava (ČSR). H. Freytag

Das 3-Chlor-N-(propyl-3′-piperazinyl-4″-methyl)-phenthiazin (Stémétil Specia, Paris) wird von L. Šafařík und V. Špinková[1] durch Titration mit Perchlorsäure in Eisessig oder unter Anwendung der Ionenaustauschmethode bestimmt. Die direkte Titration mit 0,05 n Perchlorsäure kann zur Analyse von Zäpfchen mit Erfolg angewendet werden. Die Zäpfchenmasse wird in einem Gemisch von Chloroform, Eisessig und Acetanhydrid (4:4:1) gelöst und die Titration mit Kristallviolett als Indicator durchgeführt. 1 ml 0,05 n Perchlorsäure entspricht 0,009348 g Stémétil-Base oder 0,015151 g Dimaleat. Bei der Analyse von *Tabletten* (die das Maleat der Stémétil-Base enthalten) hat sich der Ionenaustauscher Amberlite IRA 400 in der OH-Form zum Freimachen der Base bewährt. Man eluiert mit heißem 80%igem Alkohol. Im Eluat wird die freigemachte Base mit 0,05 n Schwefelsäure und mit Tashiro-Indicator (Methylenblau + Methylrot) bestimmt. Dabei entspricht 1 ml 0,05 n Schwefelsäure 0,030303 g Dimaleat oder 0,018696 g Base.

[1] Československ. Farmac. **7**, 144—146 (1958) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Staatsanst. Arzneimittelkontrolle Prag (ČSR). Z. Stejskal

Für die amperometrische Bestimmung von Dimethylamino-acetylphenthiazin in Tabletten haben J. Blažek und Z. Stejskal[1] die Umsetzung der Base mit Silicowolframsäure in salzsaurer Lösung nutzbar gemacht. Die Zusammensetzung des sich dabei bildenden schwer löslichen Niederschlages entspricht dem Verhältnis von 1 Mol Silicowolframsäure zu 4 Mol Base [$SiO_2 \cdot 12\,WO_3 \cdot 4(C_{16}H_{16}ON_2S)$]. — *Ausführung.* In einen Kolben von 100 ml Inhalt wägt man fein zerriebene Tablettenmasse mit einem Wirkstoffgehalt von etwa 100—200 mg, fügt 1 ml 37%ige Salzsäure hinzu, füllt mit dest. Wasser bis zu einem Volumen von 20 ml auf und titriert mit 0,01 m Silicowolframsäure, wobei das Gemisch nach jeder Zugabe 3 min gerührt wird. Nach weiteren 5 min Ruhe liest man den Wert der Stromintensität ab, der bis zur Äquivalenz praktisch gleich bleibt und dann mit dem Überschuß der Silicowolframsäure regelmäßig ansteigt. 1 ml 0,01 m Silicowolframsäure entspricht 11,37 mg Dimethylaminoacetylphenthiazin. — Von den Verff. wird die Titration mit dem Mikropolarograph nach Heyrovský mit einer Galvanometerempfindlichkeit von $4 \cdot 10^{-9}$ unter Anwendung der Quecksilbertropfelektrode (Kathode) und einer gesättigten Kalomelelektrode durchgeführt. Die Fehlerbreite bei dieser Bestimmung wird mit 1,6% angegeben.

[1] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **97**, 255—257 (1958). Staatl. Anst. Arzneimittelkontrolle, Prag (ČSR). B. Schühlein

Über die chemische Bestimmung der Herzglykoside und der organischen Nitrate in pharmazeutischen Präparaten berichtet A. Kurkela[1]. *Glykoside der Digitalisgruppe* können mittels der Reaktion von H. Baljet[2] mit ausreichender Genauigkeit (2—3% Abweichung von der Theorie) ermittelt werden, wenn die Messung der Extinktionen in einem Unicam-Spektrophotometer in 1 cm-Küvetten bei 492 mμ durchgeführt wird. *Scillaglykoside* bestimmt man mit Hilfe der Liebermann-Reaktion[3,4]. *Organische Nitrate*, wie Nitroglycerin oder Erythroltetranitrat lassen sich colorimetrisch mit Phenoldisulfonsäure nach A. Thorvik[5] und H. O. Meek[6] durchführen oder man wendet die AOAC-Methode[7] an, bei der die Nitrate

zu Ammoniak reduziert und titrimetrisch bestimmt werden. Verf. empfiehlt für diese Bestimmung einen im Original skizzierten Apparat. Das Original enthält weiterhin mehrere Tabellen mit Meßwerten und Standardkurven.

[1] Pharmac. Acta Helvetiae **33**, 216—224 (1958). Apteekkitavaraintarkastus-Lab. Oy., Helsinki (Finnland). — [2] Schweiz. Apotheker-Ztg. **56**, 71, 89 (1918). — [3] Feigl, F.: Spottests II, S. 132 Elsevier Publ. Co 1954. — [4] Pritzker, J., u. R. Jungkunz: Z. Unters. Lebensmittel **54**, 247 (1927). — [5] Norges Apotekerforen. Tidsskr. **45**, 535 (1946). — [6] Quart. J. Pharmac. Pharmacol. **8**, 375 (1935); vgl. diese Z. **113**, 382 (1938). — [7] Cannon, J. H., u. R. F. Heuermann: J. Assoc. off. agric. Chemists **34**, 716 (1951). K. Söllner

Zur colorimetrischen Bestimmung von Digitalisglykosiden empfiehlt D. H. E. Tattje[1] *2,4-Dinitrophenylsulfon* als Farbreagens. Digitalisglykoside oder deren Aglykone reagieren mit 2,4-Dinitrophenylsulfon in alkalischer Lösung unter Bildung einer Farbverbindung mit einem Absorptionsmaximum bei 600 mμ. — *Ausführung.* Man löst die Probe in 4 ml Äthanol, versetzt mit 5 ml einer 0,075%igen Lösung von 2,4-Dinitrophenylsulfon in Äthylalkohol (die Reagenslösung ist im Dunkeln aufbewahrt einige Tage haltbar), gibt 1 ml 0,15 n Natronlauge zu und mißt die Extinktion der erhaltenen Farbsalzlösung bei 600 mμ unter Verwendung von 5 mm-Küvetten (Spaltbreite 4,5 mμ). Zum Vergleich dient eine Lösung, die 4 ml Äthanol, 5 ml der Reagenslösung und 1 ml 0,15 n Natronlauge enthält. Die Reaktion soll bei 20° C durchgeführt werden. Maximale Farbintensität wird $5^1/_2$ min (bei *Digitoxin*) bzw. $4^1/_2$ min (bei *Digitoxigenin*) nach Zugabe der Natronlauge erreicht (sie bleibt für etwa $1-1^1/_2$ min konstant). Die molaren Extinktionen sind mit 23200 für Digitoxin und 24400 für Digitoxigenin angegeben. — Zur Bestimmung von *Gitoxigenin* wird das Glykosid oder sein Aglykon mit Salzsäure vorbehandelt. Man löst die Probe in 5 ml Äthanol, gibt 2 ml 4 n Salzsäure zu, verdünnt mit 13 ml Wasser und erhitzt das Reaktionsgemisch 30 min unter Rückfluß. Die erhaltene Lösung wird mit 10 ml 25%igem Äthanol in einen Scheidetrichter gespült und 3mal mit je 22,5 ml Chloroform ausgeschüttelt. Anschließend trocknet man die vereinigten Chloroformextrakte über wasserfreiem Natriumsulfat, filtriert, wäscht mit 5 ml trockenem Chloroform nach, verdampft das Lösungsmittel, löst den Rückstand in 4 ml Äthanol und setzt die Analyse in der beschriebenen Weise fort. Maximale Farbintensität wird 3 min nach Zugabe der Natronlauge erhalten. Die molare Extinktion für Gitoxigenin beträgt 18100.

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **10**, 493—498 (1958). State Univ. Groningen (Holland). K. Machner

Für die Bestimmung von Vitamin D in pharmazeutischen Präparaten haben J. B. Wilkie, S. W. Jones und O. L. Kline[1] ein Verfahren angegeben, bei dem das Vitamin nach Verseifung und Chromatographie des Unverseifbaren mit Hilfe der Farbreaktion mit $SbCl_3$ bestimmt wird. Eine gewogene Menge des Präparats, das wenigstens 1000 iE enthalten soll, wird nach Zugabe von etwas Baumwollsaatöl in alkoholischer Lösung verseift. Das Unverseifbare wird durch Ausschütteln mit Äther gewonnen, in Petroläther lösung übergeführt und an einer Säule chromatographiert, die oben mit einer Mischung aus 1 Teil MgO und 5 Teilen Hyflo-Supercel und unten mit einer Mischung aus 1 Teil MgO und 1 Teil Hyflo-Supercel beschickt ist. Zur Elution dient reiner Petroläther, dann solcher mit 0,1% Alkohol, wobei die Wanderung der Vitamin A-Bande verfolgt wird. Die Elution wird unterbrochen, wenn diese Bande am unteren Rand der Säule angelangt ist. Das Eluat wird eingedampft, der Rückstand mit Petroläther aufgenommen und zur weiteren Trennung auf eine Säule aus Al_2O_3 gegeben. Man eluiert mit Äther, Petroläther und 0.1% Äthanol enthaltendem Petroläther und sammelt Fraktionen von je 5 ml. Bei

richtiger Durchführung befindet sich das Vitamin D in Fraktion 5, die eingedampft und deren Rückstand mit Äthylendichlorid aufgenommen wird. Bei der colorimetrischen Bestimmung wird Gebrauch gemacht von der Beobachtung, daß in Gegenwart von Acetanhydrid die Farbentwicklung mit $SbCl_3$ bei Vitamin D, nicht aber bei den Zersetzungsprodukten von Vitamin A unterdrückt wird, so daß deren Anwesenheit durch Messung der Extinktionen bei 550 mμ ausgeschaltet werden kann. Die Bestimmung von Vitamin D erfolgt bei 500 mμ mit dem $SbCl_3$-Acetylchloridreagens im wesentlichen nach der Modifikation von J. B. De Witt und M. X. Sullivan[2]. Nach diesem Verfahren wurden von verschiedenen Bearbeitern gut übereinstimmende Werte gefunden. Die Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus dem biologischen Versuch war befriedigend. Das Verfahren ist jedoch vorläufig nur auf pharmazeutische Präparate anwendbar.

[1] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **47**, 385—394 (1958). — [2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 117 (1946); vgl. diese Z. **129**, 313 (1949). L. Acker

Ein polarographisches Bestimmungsverfahren von Rutin in pharmazeutischen Präparaten haben J. Davídek und O. Manoušek[1] ausgearbeitet. Die Bestimmung beruht darauf, daß das Nitrosoderivat des Rutins noch in Konzentrationen von 10^{-6} Mol/l eine deutliche Stufe aufweist. — *Ausführung.* Etwa 0,1 g der Probe wird in Methanol zu einem Volumen von 25 ml gelöst. Von dieser Lösung pipettiert man 0,5 ml in ein polarographisches Gefäß nach Kalousek, setzt 0,5 ml Methanol, 5 ml 0,2 n Schwefelsäure und 2 ml 3 m Kaliumnitratlösung zu. Nach $2^1/_2$ min Durchleiten von Stickstoff werden 2 ml 2,5 m Natriumacetatlösung zugegeben, der Sauerstoff wird wieder mit Stickstoff im Laufe von 4 min beseitigt. Dann wird mit Hilfe einer Quecksilber(I)-sulfatelektrode die Reduktionsstufe registriert (Reservoirhöhe = 60 cm, Capillardurchfluß = 3,1 mg/sec, Tropfendauer = 2,9 sec). Zur Auswertung des Polarogramms dient die erste Stufe. Ascorbinsäure stört nicht.

[1] Československ. Farmac. **7**, 73—75 (1958) [Tschechisch]. (Mit engl., russ. u. dtsch. Zus.fass.) Forsch.-Inst. Nahrungsm.-Technol. Prag (ČSR). Z. Stejskal

Novalgin und Melubrin lassen sich auch in Gegenwart von Antipyrin und Pyramidon direkt mit 0,1 n Jodlösung titrieren, wenn nach dem Verfahren von E. Schulek und L. Maros[1] gearbeitet wird. Das Verfahren basiert auf der Tatsache, daß Methansulfonsäureabkömmlinge in mäßig alkalischer Lösung durch Kaliumcyanid in Sulfit, Glykolsäure, Ammoniumsalz usw. spaltbar sind. — *Arbeitsweise.* 1,7—1,9 g Substanz werden in einem 100 ml-Meßkolben in Wasser gelöst und zur Marke aufgefüllt. Davon werden *zur Novalginbestimmung* 10 ml in einem 100 ml Erlenmeyer-Kolben mit 40 ml frisch ausgekochtem, kaltem Wasser versetzt und mit 1—2 ml Pentan bedeckt. Dann gibt man 5 ml 10%ige Natronlauge und 0,2 bis 0,3 g KCN zu. Zur *Melubrinbestimmung* werden die abgemessenen 10 ml auf 50 ml verdünnt, bis zum Sieden erwärmt, dann mit denselben Zusätzen versehen, abgekühlt und mit Pentan versetzt. Die Kolben werden mit Glasstopfen verschlossen. Nach 2—3 min Wartezeit neutralisiert man vorsichtig mit 50%iger Schwefelsäure in Gegenwart von 1 Tr. Methylrotlösung und säuert dann mit 0,5 ml Schwefelsäure an. Nach Hinzufügen von 0,2 g Kaliumjodid wird mit 0,1 n Jodlösung und Stärkelösung als Indicator titriert. Im Endpunkt zeigt die Lösung eine 40—60 sec dauernde violette Farbe.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 4—9 (1958). Univ. Budapest (Ungarn). B. Rossmann

Zur Bestimmung von Nicotinaldehyd-thiosemicarbazonhydrochlorid (I) haben B. Buděšínský und J. Vachek[1] eine direkte jodometrische, eine bromatometrische, eine mercurimetrische Bestimmung ausgearbeitet. Außerdem werden ein

jodometrisches Verfahren auf Grund der Bildung von Cadmiumsulfid und ein polarographisches Verfahren beschrieben. Die bromatometrische und die mercurimetrische Methode geben zu hohe Resultate. Die *jodometrische Methode* ist sehr genau. 10 bis 50 mg des Stoffes werden in 25 ml 5 m Natronlauge gelöst und mit 0,1 n Jodlösung potentiometrisch titriert. Das Umschlagspotential liegt bei −25 mV (gemessen gegen die gesätt. Kalomelelektrode). 1 ml 0,1 n Jodlösung entspricht 2,7086 mg wasserfreiem Wirkstoff. — Die *jodometrische Bestimmung auf Grund der Bildung von Cadmiumsulfid* ist sehr selektiv. Sie wird wie folgt durchgeführt: Man löst 30—70 mg *I* in 30 ml Wasser, setzt 3 Tr. Methylrotlösung zu und stellt den p_H-Wert mit Natronlauge oder Salzsäure so ein, daß die Lösung mit 1 Tr. 1 m Natronlauge eben noch gelb gefärbt wird. Dann setzt man 5 ml 1 m Cadmiumacetatlösung und 5 ml 1 m Natronlauge zu und kocht 10 min mäßig. Die Lösung wird noch warm filtriert und der Niederschlag mit 30 ml redest. Wasser. 10 ml 0,1 n Jodlösung (genau gemessen) und 3 ml konz. Salzsäure versetzt. Nach 5 min wird das Jod mit 0,1 m Natriumthiosulfatlösung titriert. 1 ml 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung entspricht 10,835 mg Wirkstoff. – Bei der sehr selektiven und genauen *polarographischen Bestimmung* wird die anodische Stufe verfolgt, die der Reaktion von R—S(−) mit den Quecksilberkationen entspricht. Bei p_H 9 beträgt das Halbstufenpotential −0,14 V. Die polarographische Methode hat gegenüber der selektiven jodometrischen Methode den Vorteil, daß man den Wirkstoff aus den Tabletten nicht extrahieren muß.

[1] Československ. Farmac. **7**, 241—245 (1958) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Forsch.-Inst. Pharmaz. Biochem. Prag (ČSR). Z. Stejskal

Zur Bestimmung von Nemural Hoechst[1] kann nach L. Šafařík[2] die Ionenaustauschmethode dienen. — *Ausführung.* Etwa 0,15—0,2 g werden nach der Arbeitsweise des Tschechoslowakischen Arzneibuches II. (PhBs II) auf der Austauschsäule Amberlite IRA 400 in der OH-Form mit 80%igem Alkohol behandelt und die freigemachte Arecolinbase im Eluat mit 0,1 n Salzsäure nach vorhergehendem Verdünnen mit 150 ml CO_2-freiem Wasser titriert. Der Tashiro-Indicator (Methylenblau + Methylrot) hat sich am besten bewährt. Bei der Analyse von *Tabletten* wird etwa 1 g der gepulverten Tablettenmasse 30 min mit 50 ml warmem 50%igem Alkohol extrahiert. Die Lösung wird durch einen Wattebausch auf die Säule filtriert, Kolben und Watte werden mit 50 ml 80%igem Alkohol nachgespült und dann wie beschrieben analysiert. — 1 ml 0,1 n Salzsäure entspricht 0,01552 g Arecolinbase.

[1] Vgl. diese Z. **165**, 397 (1959). — [2] Československ. Farmac. **7**, 146—148 (1958) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Staatsanst. Arzneimittelkontrolle Prag (ČSR). Z. Stejskal

Alkaloide. F. Kaczmarek und E. Steinegger[1] haben die von E. Steinegger und F. Ochsner[2] entwickelte *Papierchromatographie der Lobelia-Alkaloide* einer erneuten Bearbeitung unterzogen und einige Verbesserungen eingeführt. So wird die stehende Phase dadurch hergestellt, daß man 0,9 g getrocknetes Ammoniumformiat in 9 ml Formamid unter Schütteln, jedoch ohne Erwärmen, löst. 20 ml Aceton zusetzt, von dem ausgeschiedenen Ammoniumformiat durch ein Filter von 7 cm ⌀ abtrennt und dem Filtrat 1 ml wasserfreie Ameisensäure zufügt. Als bestes Fließmittel hat sich eine mit Formamid gesättigte Mischung aus Chloroform und Benzol im Verhältnis 9:1 erwiesen. Gut geeignet sind auch Toluol-Chloroform (1:9) und Äther-Chloroform (1:9). Diese mobilen Phasen können auch zur absteigenden Entwicklung der Lobelia-Gesamtalkaloide mit Erfolg angewendet werden

(Skizzen der Papierchromatogramme im Original). Über die Lokalisierung einiger Nebenalkaloide sind im Original nähere Angaben gemacht.

[1] Pharmac. Acta Helvetiae **33**, 201–206 (1958). Univ. Bern. — [2] Pharmac. Acta Helvetiae **31**, 65 (1956); vgl. diese Z. **154**, 452 (1957). K. Söllner

Die quantitative Trennung von Papaverin (PV) und Narcotin (NR) führen L. Kum-Tatt und C. G. Farmilo[1] auf Grund der unterschiedlichen Löslichkeit der Reineckate dieser Alkaloide durch. — *Verfahren.* Man löst Gemische von 6–32 mg PV und 30–150 mg NR in einem 250 ml-Schliffkolben in 70 ml Chloroform (Clf), fügt 30 ml 0,1 n Salzsäure und 10 ml 2%ige Ammoniumreineckatlösung zu und schüttelt mechanisch 30 min lang. Nach 30 min langem Kühlen saugt man das ausgeschiedene PV-reineckat durch ein Glassinterfilter ab, wäscht es 3mal mit je 5 ml kaltem Wasser und saugt den Rückstand trocken. Nach Entfernung aller Wasserspuren bringt man das Filter auf eine trockene Saugflasche, übergießt den Rückstand mit 5 ml Aceton, bringt die Lösung durch schwaches Saugen in die Flasche und wiederholt den Waschvorgang mehrmals mit je 1 ml Aceton, bis dieses farblos abläuft. Nach Auffüllen der rot gefärbten Lösung mit Aceton auf 10 oder 25 ml bestimmt man deren optische Dichte bei 525 mμ in einer 1 cm-Küvette gegenüber Aceton als Leerwert. Durch Einsetzen des gefundenen Wertes in die Formel: Opt. Dichte d. Reineckatlösung/110,0 (g-mol Extinktionskoeffizient für PV-reineckat) × 339,4 (Mol-Gew. v. PV in Gramm) × Volumen der Acetonlösung/1000 erhält man die vorgelegte Menge PV in Milligrammen. — Zur Bestimmung von NR trennt man die Clf-Schicht des Reineckatfiltrates ab, wäscht die wäßrige Phase mit 25 ml Clf, schüttelt die rotgefärbten Clf-Lösungen mit 30 ml Wasser und 10 ml 1%iger Silbernitratlösung. Nach Abtrennung der nunmehr farblosen Clf-Schicht wäscht man die wäßrige Schicht noch 2mal mit je 10 ml Clf aus, filtriert die vereinigten Clf-Lösungen durch Baumwolle und ergänzt das Filtrat mit Clf auf 250 ml. Die Bestimmung des NR führt man spektrometrisch bei 310 mμ durch (mol. Extinktionskoeffizient = 4750) oder man dampft einen etwa 20 mg NR entsprechenden Anteil der Clf-Lösung zur Trockne ein, löst den Rückstand in 25 ml Eisessig und 3 ml Acetanhydrid und titriert mit 0,05 n Perchlorsäurelösung in Eisessig und 0,5%iger Kristallviolett-Eisessiglösung als Indicator. — Das Original enthält weiterhin eine Anweisung zur Bestimmung beider Alkaloide in Opium sowie die UV- und IR-Absorptionskurven von PV-Reineckat und NR.

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **10**, 427–435 (1958). Food and Drug Direct., Ottawa (Canada). K. Söllner

Kleinste Mengen von Morphin bestimmen G. Nadeau und G. Sobolewksi[1] nach folgender *fluorimetrischen Methode.* Man dampft in einer 50 ml-Zentrifugenröhre mit rundem Boden die 0,02–100 μg Morphin enthaltende Analysenlösung im Vakuum zur völligen Trockne ein, entfernt die letzten Spuren von Feuchtigkeit durch Durchblasen getrockneter Luft und nimmt den Rückstand in 0,5 ml konz. Schwefelsäure auf. Nach 8 min langem Erhitzen auf 50° C im Wasserbad versetzt man mit 5 ml dest. Wasser und mit 6 ml konz. Ammoniak und hält anschließend weitere 2 Std auf einer Temperatur von 50° C. Nach dem Abkühlen fügt man 10 ml Isobutanol „Merck, für fluorimetrische Analyse" zu und schüttelt 4 min lang. Dann läßt man die Phasen absetzen, zentrifugiert erforderlichenfalls, entnimmt 6 ml der alkoholischen Schicht und bestimmt deren Fluorescenzstärke in einem Beckman-Fluorimeter, Modell B, unter Vorschaltung je eines Filters Corning 3–73 (3389) und Corning 5–60 (5543), welche die Strahlung von 430 mμ maximal passieren lassen. Die Aktivierung der Fluorescenz erfolgt durch Bestrahlung der isobutanolischen Lösung mit dem Licht einer Quecksilberlampe, aus der durch Vorschaltung von Corning 7–83, einer Kombination der Filter 7380 und 5860, die Strahlung

365 mμ isoliert wird. Anschließend bestimmt man die Fluorescenz der Reagentien und subtrahiert deren Wert. Durch Vergleich mit der Fluorescenzstärke analog behandelter Lösungen mit bekanntem Morphingehalt läßt sich der Mf-Gehalt des Analysenmateriales ermitteln. Zur Bestimmung des *Morphingehaltes von Opium*-extrahiert man 0,5 g der Probe mit 5 ml eines Gemisches gleicher Menge Essigsäure und Wasser, zentrifugiert, verdünnt 1 ml des Zentrifugates mit Essigsäure auf 10 ml, füllt von dieser Verdünnung 1 ml mit Wasser auf 1 l auf, dampft hiervon 0,5 ml zur Trockne ein und führt die beschriebene Prozedur durch. Sinngemäß verfährt man mit den Eluaten von Morphin aus Papierchromatogrammen.

[1] Canad J. Biochem. Physiol. **36**, 625—631 (1958). Hosp. Saint-Michel Archange, Quebec (Canada). K. Söllner

Für ein chromatographisch-spektrophotometrisches Verfahren zur Isolierung und Bestimmung von Colchicin in Herbstzeitlosensamen wenden S. J. Smolenski, F. A. Crane und R. F. Voigt[1] folgende *Arbeitstechnik* an: Man extrahiert 10 g feingepulverte, mit 100 ml Petroleumbenzin 4 Std entfettete Herbstzeitlosensamen im Soxhlet erschöpfend mit 100 ml wasserfreiem, 1% Äthanol enthaltendem Äthylacetat. Nach 11—12 Std wird zur Trockne gedampft und der Rückstand mit 5 ml Methanol versetzt. Nach neuerlichem vollständigem Abdampfen des Lösungsmittels nimmt man den Rückstand in 3 ml Methanol auf und wäscht das Ungelöste mit Benzol nach. Die methanolische Lösung und das Waschbenzol bringt man zusammen auf eine Absorptionssäule aus Aluminiumoxyd, wobei sich beim Durchlaufen 3 Banden entwickeln, von denen die unterste, gelb gefärbte das Colchicin enthält. Nach deren Eluierung mit 100 ml Chloroform, dann mit 200 ml Chloroform mit 4% Methanol und 200 ml mit 10% Methanol, verdampft man das Lösungsmittel fast völlig, dampft noch 2mal mit je 5 ml Chloroform ab, nimmt den Rückstand in 10 ml Chloroform auf und trennt ein zweites Mal auf einer Kieselsäurekolonne, wobei sich insgesamt 6 Banden bilden, deren erste das Colchicin enthält. Man eluiert dieses mit 150 ml 10% Methanol enthaltendem Chloroform, löst den durch Abdampfen erhaltenen Trockenrückstand in 10 ml Methanol und bestimmt nach weiterer Reinigung die Lichtabsorption dieser Lösung bei 350 mμ. Durch Vergleich mit der Extinktion von Standardlösungen kann der Colchicingehalt der Droge ermittelt werden. Das Original enthält ausführliche Arbeitsvorschriften für die Präparierung der Absorptionssäulen sowie für die Durchführung des Verfahrens.

[1] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit., **47**,359—362 (1958). College Pharmacy, Univ. Chicago, Ill. (USA). K. Söllner

Die Lumi-Mutterkornalkaloide, ihre analytischen und papierchromatographischen Eigenschaften bespricht R. Voigt[1]. Die durch UV-Belichtung aus den natürlichen Mutterkornalkaloiden (MA) durch Wasseranlagerung an der 9,10-Doppelbindung entstehenden Lumi-Alkaloide geben mit etwas konz. Schwefelsäure eine sofort auftretende blauviolette Färbung, die nach etwa 2 min verblaßt, sowie die auch für die MA charakteristische Kellersche Farbreaktion, zeigen jedoch im UV-Licht keine Blaufluoreszenz. Auch unterscheiden sie sich von den MA durch die Form ihrer Absorptionskurven. Dagegen reagieren sie positiv mit p-Dimethylaminobenzaldehyd. Für die papierchromatographische Entwicklung der Lumi-Alkaloide bringt man deren Lösung in Chloroform auf mit 2%iger Weinsäurelösung getränktes Schl. & Sch.-Papier Nr. 2034 b/m, wobei man die Streifen am unteren Ende doppelkeilförmig zuschneidet und den Startflecken an die schmalste Stelle des Streifens bringt. Die Trennung der Komponenten erfolgt unter Verwendung von Äther/Aceton/Wasser als Fließmittel, wobei sich die Mischungsverhältnisse 2:2, 6:2 und 2:4:2 als am geeignetsten erweisen. Nach der Entwicklung bestrahlt

man die getrockneten Papierchromatogramme mit UV-Licht und markiert die hierbei fluorescierenden Original-MA. Besprüht man anschließend mit p-Dimethylaminobenzaldehyd-Reagens[2] oder mit Vanillin-Reagens[3], so werden alle Alkaloidflecken sichtbar, wobei die vorher nicht markierten den Lumi-Alkaloiden angehören.

[1] Pharmazie **13**, 294–297 (1958). Humboldt-Univ. Berlin. — [2] STOLL, A., u. A. RÜEGGER, Helv. chim. Acta **37**, 1725 (1954); vgl. diese Z. **148**, 458 (1955/56). — [3] VOIGT, R., u. F. WEISS, Pharmazie **13**, 212 (1958). K. SÖLLNER

Die titrimetrische Mikrobestimmung von Solanaceen-Alkaloiden und ihre papierchromatographische Auftrennung beschreibt R. VAN SEVEREN[1]. — *Arbeitsweise.* Man extrahiert unter häufigem Umschwenken 0,30 g der feingepulverten Droge 1,5 Std lang mit 7 ml einer Mischung von 10 Tr. 4 n Schwefelsäure in 100 ml Wasser, filtriert, alkalisiert 5 ml des Filtrates mit 0,5 ml 10%igem Ammoniak und schüttelt die Lösung 3 min lang mit 50 ml peroxydfreiem Äther. Dann fügt man 1 g Traganthpulver zu, schüttelt 1 min lang und filtriert. 20 ml des ätherischen Filtrates dampft man in einem Hämolyserohr ab, erwärmt den Rückstand unter Durchleiten von Warmluft einige Minuten auf dem Wasserbad, nimmt ihn nochmals in 2 ml Äther auf und wiederholt den Vorgang. Schließlich gibt man 1 ml frisch dest. Wasser und 4 Tr. 0,05%ige alkoholische Bromkresolgrünlösung zu und titriert mittels einer Mikrobürette nach GORBACH mit 0,01 n Schwefelsäure, wobei man die Indicatorfarbe gegen einen Blindansatz vergleicht. 1 μl 0,01 n Schwefelsäure entspricht 2,9 μg Alkaloid, auf Hyoscyamin berechnet. Von dem Rest des Ätherfiltrates verwendet man 10 ml für die papierchromatographische Entwicklung nach R. MUNIER und M. MACHEBOEUF[2]. Enthält die Droge nur wenig Alkaloide, so kann auch die Titrationslösung mit verwendet werden. Man taucht 26×45 cm große Stücke Whatman-Papier Nr. 1 in 0,5 m Kaliumchloridlösung, entfernt deren Überschuß zwischen Filtrierpapier und trocknet bei Raumtemperatur. Als mobile Phase verwendet man 100 ml n-Butanol, das mit 2 ml Salzsäure durchgeschüttelt wird. Die Entwicklung führt man absteigend bei 22° C innerhalb von 20 Std durch; die Lokalisation der Alkaloide erfolgt durch Besprühen mit Dragendorff-Reagens. Man erhält folgende R_f-Werte: Hyoscyamin 0,85; Scopolamin 0,63; Tropin 0,34. Da die Größe der Alkaloidflecken proportional dem Logarithmus ihrer Konzentration ist, kann die Bestimmung quantitativ gestaltet werden (vgl. Original).

[1] Pharmac. Weekbl. **93**, 235–244 (1958). Univ. Gent (Belgien). — [2] Bull. Soc. Chim. biol. **32**, 192 (1950); **33**, 846 (1951); vgl. diese Z. **135**, 356 (1952); **137**, 120 (1952/53). — MUNIER, R., M. MACHEBOEUF u. N. CHERRIER: Bull. Soc. Chim. biol. **34**, 204 (1952); vgl. diese Z. **138**, 385 (1953). K. SÖLLNER

Zur colorimetrischen Bestimmung von Geneserin in pharmazeutischen Zubereitungen benutzt E. GLOESENER[1] dessen Reaktionsvermögen mit Jodsäure. — *Arbeitsweise.* Man verdünnt 2 ml einer etwa 2 mg Geneserinsalicylat enthaltenden Lösung mit Wasser auf 4 ml und versetzt die Verdünnung nach und nach mit insgesamt 1 ml 1%iger wäßriger Jodsäurelösung und dann mit 5 Tropfen 0,1 n Schwefelsäure. Nach 20 min schüttelt man den Ansatz mehrmals mit je 2 ml Tetrachlorkohlenstoff bis zu einem Gesamtvolumen der vereinigten CCl_4-Auszüge von 10 ml aus, wobei erforderlichenfalls filtriert werden muß. Dann ermittelt man in einer 1 cm-Küvette die Lichtabsorption dieser Lösung bei 515 mμ und vergleicht den gefundenen Extinktionswert mit denen analog behandelter Lösungen mit 1,6–2,2 mg Geneserinsalicylat in 2 ml (Absorptionskurve und Eichkurve im Original).

[1] J. Pharmacie Belgique, N. S., **13**, 117–120 (1958). Univ. Lüttich (Belgien). K. SÖLLNER

Die komplexe Chlorwasserstoffverbindung des Aluminiumchloridisopropylats als neues Reagens für maßanalytische Bestimmungen in wasserfreien Medien. I. Simonyi und G. Tokár[1] behandeln im Anschluß an ihre frühere Mitteilung[2] die Bestimmung von *Atropin, Strychnin, Chelidonin und Amidopyrin.* Als Lösungsmittel für das Chloraluminiumisopropylat wird jetzt eine Mischung von Chloroform und Chlorbenzol (3:1) an Stelle von reinem Chloroform empfohlen, da die mit der Mischung erhaltene Lösung beständiger ist. Zur Herstellung der Maßlösung sättigt man wasserfreies Chloroform mit Chlorwasserstoff, bestimmt den HCl-Gehalt und vermischt das gelöste Chloraluminiumisopropylat mit soviel von der HCl-Chloroformlösung als zur Herstellung des Chlorwasserstoffkomplexes nötig ist. Von den Alkaloiden löst man so viel in 5 ml wasserfreiem Chloroform, daß von der 0,1 n Maßlösung 3—4 ml verbraucht werden und verwendet als Indicator 3—4 Tr. einer 0,2%igen chloroformischen Äthylorangelösung. Während der Titration scheidet sich aus der Lösung von Atropin und Strychnin ein Niederschlag aus, der sich aber noch vor dem Endpunkt wieder auflöst. Der aus der Lösung von Chelidonin ausfallende Niederschlag vermehrt sich während der Titration, stört aber nicht. Die Lösung von Amidopyrin bleibt klar, muß aber gegen Ende langsam titriert werden. 1 ml der 0,1 n Maßlösung entspricht 2,89 mg Atropin, 3,3 mg Strychnin, 3,52 mg Chelidonin und 2,31 mg Amidopyrin.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **64**, 151—152 (1958) [Ungarisch]. (Mit deutsch. Zus.fass.) Egyesült Gyógyszer- és Tápszergyár, Budapest (Ungarn). — [2] Tokár, G., u. I. Simonyi: Magyar Kémiai Folyóirat **64**, 94 (1958); vgl. diese Z. **165**, 318 (1959).
J. Plank

Für die Bestimmung von Cycloserin (D-4-Amino-3-isoxazolidinon) empfehlen L. Šafařík und V. Špinková[1] die Titration mit Perchlorsäure im Medium von Eisessig. — *Ausführung.* Etwa 50—60 mg Cycloserin werden mit 25 ml Eisessig gemischt, wobei der Wirkstoff in Lösung übergeht und die Tablettenmasse unten bleibt. Nach Zugabe von 2 Tr. einer 0,2%igen Kristallviolettlösung in Eisessig titriert man mit 0,05 n Perchlorsäurelösung in demselben Lösungsmittel. Die Bestimmung kann auch potentiometrisch unter Anwendung einer Indicatorelektrode aus Platin durchgeführt werden. Als Vergleichselektrode dient eine Graphitelektrode, die in gesätt. Kupferacetatlösung in Eisessig taucht. Man muß darauf achten, daß in den Lösungen kein freies Essigsäureanhydrid anwesend ist. 1 ml 0,05 n Perchlorsäure entspricht 0,00510 g Cycloserin.

[1] Československ. Farmac. **7**, 76—77 (1958) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Staatsanst. Arzneimittelkontrolle Prag (ČSR). Z. Stejskal

Neue Spurenkomponenten des Actinomycin C-Komplexes hat K. Zepf[1] durch Gegenstromverteilung (Craig-Apparatur) und papierchromatographische Trennung nachgewiesen. Bei der Craig-Verteilung mit 100 mg Actinomycin C über 184 Verteilungsschritte ergibt sich eine Verteilungskurve, die drei gut trennbare Maxima aufweist (Systemzusammensetzung: Tetrachlorkohlenstoff/4,5%ige wäßrige Lösung von β-naphthalinsulfonsaurem Natrium). Die 3 Maxima sind den Hauptkomponenten C_3 und C_2 und der Nebenkomponente C_1 zuzuordnen. Die vereinigten Fraktionen aus den Röhrchen 25—51 zeigen nach papierchromatographischer Trennung neben der Hauptkomponente C_3 eine neue Spurenkomponente C_{3a}. Die Fraktionen aus den Röhrchen 70—100 lassen neben den Komponenten C_3 und C_2 eine weitere Spurenkomponente des C-Komplexes C_{2a} erkennen. Bei weiteren Verteilungen, zum Teil mit anderen Gehalten an β-naphthalinsulfonsaurem Natrium können mittels Papierchromatographie noch zwei weitere Spurenkomponenten — C_{1a} und C_4 — nachgewiesen werden. (Systemzusammensetzung: n-Dibuthyläther-n-Butanol(5:1)/2%ige wäßrige Lösung von β-naphthalinsulfonsaurem Natrium, oder Isoamyl-

acetat/5%ige wäßrige Lösung von β-naphthalinsulfonsaurem Natrium.) Demnach ist beim Actinomycin-C-Komplex mit 9 Komponenten zu rechnen (C_{0a}, C_0, C_1, C_{1a}, C_2, C_{2a}, C_3, C_{3a} und C_4).

[1] Experientia (Basel) **14**, 207—208 (1958). Dtsch. Akad. Wiss. Berlin, Inst. Mikrobiol. exp. Therapie, Jena. H. SPECKER

4. Analyse von biologischem Material

Aminosäuren. L. REXOVÁ-BENKOVÁ und O. MARKOVIČ[1] trennen *basische Aminosäuren durch zweimalige Papierelektrophorese*. Zunächst wird das Gesamthydrolysat der Eiweißstoffe elektrophoretisch nach O. MIKEŠ[2] unter Verwendung eines Pyridin-Essigsäurepuffers (p_H 5,6) bei einem Potentialgefälle von 21 V/cm und einer Dauer von 80 min in eine neutrale, eine saure und eine basische Fraktion zerlegt. Verwendet wird Whatman-Papier Nr. 1 in der Längsrichtung. Nach dem Sichtbarmachen der Flecken auf dem Kontrollstreifen schneidet man den Teil des Papiers mit den neutralen und sauren Aminosäuren ab und unterwirft den Papierabschnitt mit den basischen Aminosäuren einer weiteren horizontalen Elektrophorese in der feuchten Kammer. Zur Trennung der basischen Aminosäuren eignen sich besonders stark alkalische Elektrolyte, wie vor allem 0,05 n Natronlauge bei einem Potentialgefälle von 13 V/cm und 90 min Dauer. Sobald (nach etwa 60 min) die Stromstärke ansteigt, erniedrigt man das Potentialgefälle auf 11 V/cm. Zum Sichtbarmachen zieht man das Papier durch eine 0,5%ige acetonische Ninhydrinlösung nach vorangehendem Durchziehen durch eine 1%ige Essigsäurelösung in Aceton zur Neutralisation der Natronlauge. Nach Erreichen der maximalen Färbung der Tüpfel wird das Elektropherogramm unter Standardbedingungen photographiert und das Negativ photometrisch ausgewertet[3]. Die Fehler dieser Bestimmung überschreiten in keinem Falle 10%. *Histidin* ist allerdings nur in 20 μg übersteigenden Mengen bestimmbar. Die Methode bewährt sich gut zur Ermittlung des Gehalts an basischen Aminosäuren in Hydrolysaten verschiedener Sorten *Weizenmehl*.

[1] Chem. Listy **52**, 978—979 (1958) [Slowakisch]. Slowakische Akad. Wiss. Bratislava (ČSR). — [2] Chem. Listy **51**, 138 (1957). — [3] KEIL, B.: Chem. Listy **48**, 725 (1954); vgl. diese Z. **146**, 310 (1955); **149**, 221 (1956). H. FREYTAG

T. H. J. HUISMAN[1] bespricht *neuere Entwicklungen der Ionenaustauscherchromatographie von Aminosäuren und Eiweiß* an Hand von 57 Literaturstellen und eigenen Untersuchungen. Besonders erwähnt wird die Trennung von Aminosäuren durch Gradientenelution an Amberlite IR 120, sowie Dowex 50 und Amberlite IRC 50 an 150 cm- sowie 15 cm-Säulen, ferner dazu eine automatische Apparatur; dann die Bestimmung des Gesamtgehaltes an Aminosäuren und die Trennung von Proteinen mit Serumeiweiß an Ionenaustauschern. Der Vorteil der neuen Ionenaustauscher auf Cellulosebasis liegt vor allem in der hohen Kapazität für Eiweiß und dessen stets reversibler Bindung.

[1] Chem. Weekbl. **1957**, 553–560 [Holländisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Lab. f. Kinderheilkunde R. U. Groningen (Holland). B. SANSONI

Bei der kombinierten ionophoretisch-papierchromatographischen Auftrennung kompliziert zusammengesetzter Gemische von Stoffwechselprodukten *(Phosphorsäureester, Aminosäuren, Carbonsäuren, Zucker)* ist es nach V. C. RUNECKLES und G. KROTKOV[1] zweckmäßig, für die Ionophorese ein flüchtiges Puffergemisch zu verwenden, das nach vollendeter Trennung vollständig entfernt werden kann, so daß die Wahl und die Wirksamkeit des Laufmittels für die nachfolgende Papierchromatographie nicht durch irgendwelche Rückstände des Puffers im Papier

beeinträchtigt werden. Verff. verwenden eine wäßrige Lösung von 5% Pyridin und 0,5% Eisessig (p_H 6). — *Ausführung.* Die Ionophorese wird nach dem von DURRUM angegebenen „Verfahren mit hängendem Streifen" auf Whatman-Papier Nr. 1 (45 × 56 cm) mit 9 V/cm bei einer Dauer von 6—8 Std durchgeführt (Abbildung der Apparatur im Original). Die unter diesen Arbeitsbedingungen gemessenen, auf die Wanderungsgeschwindigkeit der Glucose = 1,00 bezogenen Beweglichkeiten M_G zahlreicher Phosphorsäureester, Aminosäuren, Carbonsäuren und Zucker werden tabellarisch mitgeteilt. Bemerkenswert ist, daß sämtliche Phosphorsäureester schneller wandern als die Zucker und die „neutralen" Aminosäuren, die sämtlich mit $M_G = 1{,}00$ bzw. $M_G = 0{,}96 - 1{,}03$ wandern, so daß sie ohne Vorzerlegung des Gemisches von den Zuckern und „neutralen" Aminosäuren durch einfache Ionophorese abgetrennt werden können. Das Ionopherogramm wird dann in zwei Teilabschnitte zerlegt — die Schnittlinie wird mit Hilfe eines Leitstreifens ermittelt —, die nach Verdampfen des Puffers (Luftstrom von Zimmertemperatur) papierchromatographisch weiterverarbeitet werden. Im oberen, anodennahen Teil des Ionopherogramms befinden sich neben den Phosphorsäureestern und den schnell laufenden Carbonsäuren nur Asparaginat und Glutamat. Die chromatographische Zerlegung wird im aufsteigenden Verfahren mit einem einphasigen Laufmittel aus Methylcellosolve, Pyridin, Eisessig und Wasser (80 : 40 : 10 : 10) bei 26° C in 1 Std vorgenommen. Der kathodennahe Teil des Ionopherogramms, der die Zucker und die Aminosäuren enthält, wird zweidimensional chromatographiert, und zwar zuerst entgegen der ionophoretischen Laufrichtung aufsteigend mit einem Laufmittel n-Butanol, 95%igem Äthanol und Wasser (53 : 32 : 16) und anschließend senkrecht zur ersten Laufrichtung absteigend mit wassergesättigtem Phenol. Die auf die Wanderung des Orthophosphations = 1,00 bezogenen papierchromatographischen Wanderungsgeschwindigkeiten der Phosphorsäureester und Carbonsäuren und von Asparaginat und Glutamat werden tabellarisch mitgeteilt. Einige Übersichts-„Karten" zeigen die Lagen der einzelnen Substanzen nach vollendeter ionophoretisch-chromatographischer Trennung. — Soweit die Substanzen überwiegend als Bariumsalze vorlagen, wurden sie vor der Trennung durch Schütteln mit dem Ionenaustauscher Amberlite IR 120 (NH_4-Form) in die Ammoniumsalze übergeführt.

[1] Arch. Biochem. Biophysics **70**, 442—453 (1957). Queen's Univ. Kingston, Ont. (Canada). H. HARTKAMP

Zur photometrischen Mikrobestimmung von Glucose in Blut mit Hilfe von Glucoseoxydase haben A. SAIFER und S. GERSTENFELD[1] das Verfahren von J. D. TELLER[2] etwas modifiziert. Die für die Bestimmung erforderlichen Röhrchen werden vor Gebrauch siliconisiert und mit einer kleinen Menge (100 μg) Heparin versetzt, um die Glykolyse hintanzuhalten. Zum Ausfällen des Eiweißes dienen Zinksulfat- und Bariumhydroxydlösung. In der klaren Flüssigkeit wird Glucose durch Glucoseoxydase zu Gluconsäure oxydiert. Das in äquivalenten Mengen entstehende Wasserstoffperoxyd überträgt seinen Sauerstoff mit Hilfe von Peroxydase auf o-Dianisidin unter Bildung eines Farbstoffs, dessen Intensität gemessen wird. Das dazu erforderliche Reagens ist als „Glucostat reagent" (Worthington Biochemic. Corp., Freehold, N. J.) im Handel erhältlich. Es werden zwei Arbeitsvorschriften angegeben, eine für die Messung mit Spektralphotometer und eine zweite für Routineuntersuchungen mit einem Colorimeter. Die Bedingungen für die Verfahren sind eingehend studiert worden. Außerdem werden Glucosebestimmungen an einem großen Material durchgeführt und die Ergebnisse mit der zur Zeit hauptsächlich verwendeten Nelson-Somogyi-Methode[3] verglichen. Die mit der Glucoseoxydase erhaltenen Werte liegen durchweg etwas niedriger. Diese Differenz ist auf die

Anwesenheit anderer reduzierbarer Substanzen zurückzuführen. Die Glucoseoxydase-Methode liefert den wahren Glucosewert.

[1] J. Lab. clin. Med. **51**, 448—460 (1958). Isaak Albert Res. Inst., Jewish Chronic. Disease Hosp., Brooklyn, N. Y. (USA). — [2] Direct Quantitative Colorimetric Determination of Serum or Plasma Glucose, Abstracts of Papers, 130th Meeting, ACS Atlantic City N. Y., Sept. 1956, p. 69 C. — [3] Nelson, N.: J. biol. Chemistry **153**, 375 (1944); vgl. diese Z. **138**, 294 (1953). L. Acker

Zur Bestimmung des wahren Blutglucosegehaltes von Serum haben G. Athanail und P. G. Cabaud[1] folgendes *colorimetrische Verfahren* ausgearbeitet: Man enteiweißt das Serum entweder nach der Technik von Folin und Wu mit Wolframsäure oder nach dem Verfahren von Somogyi mit Bariumhydroxyd und Zinksulfat und bringt die proteinfreien Filtrate auf eine Verdünnung von 1:10. Dann versetzt man 1 ml dieser Verdünnung, die zwischen 0,01 und 0,5 mg Glucose/ml enthalten soll, in einem Reagensglas mit 5 ml einer Lösung von genau 8,0 g reinem 2-Aminobiphenyl (Fp 50°—52° C) in 2 l Eisessig, die 2—3 Tage lang im Dunkeln gestanden hat, erhitzt die Mischung 45 min lang im siedenden Wasserbad, kühlt ab und bestimmt die Extinktion des Reaktionsansatzes bei 650 mμ gegen einen Blindansatz der Reagentien. Als Vergleich dienen analog behandelte Lösungen von wasserfreier Glucose „Merck" in 0,2%iger Benzoesäurelösung.

[1] J. Lab. clin. Med. **51**, 321—324 (1958). Brooklyn Hosp., N. Y. K. Söllner

Die Inulinbestimmung neben größeren Mengen Glucose nach dem Resorcin-Thioharnstoffverfahren von J. H. Roe, J. H. Epstein und N. P. Goldstein[1] haben T. D. Ullmann und L. Ullmann[2] an Gemischen der reinen Stoffe untersucht. Das Verfahren hat bei der Analyse von *Plasma* oder *Urin* von Diabetikern Bedeutung. Zu Inulinlösungen mit 0,01—0,02 mg/ml Inulin werden 0,1—0,4 mg Glucose je Milliliter zugesetzt. Von dieser Lösung werden 2 ml 15 min mit 0,5 ml 4 n Natronlauge gekocht. Nach Abkühlen werden 1 ml Resorcin-Thioharnstoffreagens und 7,5 ml 30%ige Salzsäure zugegeben; es wird 10 min bei 80° C im Wasserbad erwärmt. Nach dem Abkühlen im Dunkeln wird mit Filter Nr. 54 (Klett-Summerson) gegen einen Reagentienblindwert photometriert. Handelsinulin hat einen verschieden großen alkaliempfindlichen Anteil. Beträgt dieser nicht über 13%, so wird in den Mischungen der richtige Inulingehalt gefunden. Die Glucose unterliegt in der alkalischen Lösung der Autoxydation.

[1] J. biol. Chemistry **178**, 839 (1949). — [2] J. Lab. clin. Med. **49**, 793—795 (1957). Rothschild-Hadassah Univ. Hosp. und Univ.-Hadassah Med. School, Jerusalem (Israel). B. Rossmann

Myo-Inosit (Muskel-Inosit) läßt sich nach A. Weissbach[1] enzymatisch bestimmen, indem man *Aerobacter aerogenes* mit Myositol als alleiniger Kohlenstoffquelle züchtet (18 Std bei 37° C) und dann aus den bei 0° C zentrifugierten und gewaschenen Zellen einen zellfreien Extrakt gewinnt. Dies erreicht man durch Bearbeitung von 3 g feuchter Zellmasse mit 10 ml 0,1 m-Hydroxylmethylaminomethanpuffer (p_H 7,5) und 7 g Glaspulver 1 min bei 0° C. Die abgeschleuderte Flüssigkeit enthält die Inosit-Dehydrogenase, die die katalytische Reduktion von Diphosphopyridinnucleotid durch Myo-Inosit bewirkt. Der Myo-Inositgehalt ist dem reduzierten Diphosphopyridinnucleotid während der ersten 3—4 min proportional. Durch spektrophotometrische Messung läßt sich dieser Gehalt bestimmen. D-Inosit und Neo-Inosit reagieren nur schwach, während Sequoyitol

(Monomethyläther von Myo-Inosit) gleich Myo-Inosit reagiert. Colchicin verhindert die Dehydrierung des Systems.

[1] Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **27**, 608—611 (1958). Nat. Inst. Arthritis, Metabolic Diseases, Bethesda, Mid. (USA). B. Rossmann

Zur Darstellung einzelner Hämoglobinfaktoren benutzen A. R. Robinson, M. Robson, A. P. Harrison und W. W. Zuelzer[1] neben der Papierelektrophorese noch eine Agar-Elektrophorese. — Zur *Ausführung* wird eine 1%ige Agarlösung mit Citronensäure-Citratpuffer hergestellt. (147 g Natriumcitrat in 600 ml Wasser gelöst und mit konz. Citronensäurelösung auf 1 l aufgefüllt, so daß der p_H-Wert 6,0 erreicht wird; von dieser Grundlösung wird ein Teil mit 9 Teilen Wasser verdünnt und mit Citronensäure auf p_H 6,2 eingestellt.) Die fast abgekühlte gepufferte Agarlösung wird auf eine dünne Glasplatte ausgestrichen, die an beiden Enden Filterpapierstreifen trägt. Die Plattengröße entspricht den üblichen Filterstreifen für die Papierelektrophorese. Nach Erstarrung des Gels wird an einem Ende der Platte ein Schlitz gezogen und in diesen ein Papierstreifen gesteckt, der die verdünnte Hämoglobinlösung (10 g/100 ml) aufgesaugt hat. Die ganze Platte wird zur Vermeidung des Austrocknens mit einem Plastiküberzug aus „Krylon" versehen. Die Elektrophorese wird mit 20 Milliamp. und 350 V 16 Std durchgeführt. — So konnten im Blut von Kranken die Faktoren A, AC, AS, F und D zerlegt werden. Es ist aber zur genauen Klärung immer die Papierelektrophorese zusätzlich auszuführen. Außerdem wurde ein Faktor G nachgewiesen.

[1] J. Lab. clin. Med. **50**, 745—752 (1957). Child Res. Center, Detroit, Mich. (USA). B. Rossmann

Zur elektrophoretischen Trennung der Humanhämoglobine Hb-F (Foetus), Hb-A (Adult) und Hb-S in Stärkegel empfehlen J. A. Owen und C. Got[1] ausreichend lange Hydrolysierung der Stärke und folgende *Arbeitsmethodik* nach O. Smithies[2]. Die lösliche Stärke wird in salzsaurem Aceton (1 Vol konz. Salzsäure in 100 Vol Aceton) 75 min bei 38,5° C hydrolysiert. Aus 14 g Stärke in 100 ml 0,0275 m Boratpufferlösung (p_H 8,4) wird das Gel hergestellt. Die Hämoglobinproben werden aus gewaschenen Erythrocyten durch Hämolysieren mit Wasser bereitet (2 g/100 ml). Etwa 20 μl werden auf Papierstückchen (20×5 mm) auf die Stärke aufgebracht. Mit 12 V/cm wird 3 Std bei Raumtemperatur elektrolysiert. Hb-F und Hb-A werden sehr deutlich getrennt, als eine dritte Zone ist jedoch auch Hb-S erkennbar. Für Hämoglobine gleichen Molekulargewichts wird die unterschiedliche Wanderung durch Unterschiede der Molekülsymmetrie gedeutet.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **2**, 588—590 (1957). Univ. Melbourne, Victoria (Australien). — [2] Biochemic. J. **61**, 629 (1955). K. Cruse

Über Haptoglobinbestimmung im Serum berichtet M. Nyman[1]. Vergleichende Untersuchungen an 250 Seren Gesunder und Kranker ergeben, daß die Resultate der Papierelektrophoresemethode von C. B. Laurell und M. Nyman[2] und die der Peroxydasetitrierung nach M. F. Jayle[3] gut übereinstimmen. Der Mittelwert ist 109 mg/100 ml mit einer Streuung von 40 mg/100 ml. Die von O. Smithies[4] beschriebene Eiweißfraktion ist nach den Untersuchungen sehr wahrscheinlich identisch mit dem hier bestimmten Haptoglobin.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 111—113 (1958). Allmänna Sjukhus, Malmö (Schweden). — [2] Proc. 5th Colloquium, Bruges, 1957, Elsevier Publ. Co. Amsterdam 1958, S. 194. — [3] Bull. Soc. chim. biol. **33**, 876 (1951). — [4] Biochemic. J. **61**, 629 (1955). E. Müller, Würzburg

Über eine genaue und zuverlässige spektralphotometrische Bestimmung von Kohlenoxydhämoglobin im menschlichen Blut berichten J. Brückner und F. B. Desmond[1]. Grundlage des Verfahrens ist die Messung der Extinktion bei 541, 561 und 577 mμ und ferner die Bestimmung der Extinktion der beiden isosbestischen Punkte bei 573 und 597 mμ. Durch diese letzte Messung können Fehler, die durch Hämoglobin, Methämoglobin, Sulfhämoglobin und Methämalbumin einen Kohlenoxydhämoglobingehalt vortäuschen, sofort erkannt werden. Zur Aufstellung der Eichkurven bestimmt man zunächst das Extinktionsverhältnis E_{541}/E_{561} oder E_{577}/E_{561} von reinem Oxyhämoglobin und reinem Kohlenoxydhämoglobin. Die Zwischenpunkte der Eichkurve können nach folgender Gleichung berechnet werden:

$$E_x = \frac{[E_{577}^{HbCO} \cdot x\,\%] + [E_{577}^{HbO_2} \cdot (100 - x)\,\%]}{[E_{561}^{HbCO} \cdot x\,\%] + [E_{561}^{HbO_2} \cdot (100 - x)\,\%]}.$$

Zur *Ausführung* der Bestimmung wird 0,1 ml Blut mit 2 ml Saponinlösung (15 mg/ml in 0,1 n Ammoniak), die vorher zur Aufnahme einer genügenden Sauerstoffmenge kräftig geschüttelt wird, versetzt und 10 min bei 3000 U/min zentrifugiert; der abgeschiedene feine Klumpen kann leicht mit einer Pinzette entfernt werden. Die klare Lösung wird dann in 0,1 cm-Küvetten gegen die Saponin-Ammoniaklösung bei 541, 561, 573, 577 und 597 mμ gemessen und das Extinktionsverhältnis E_{541}/E_{561} oder E_{577}/E_{561} bestimmt. Zur genauen Bestimmung ist es vorteilhaft, beide Quotienten für die Kohlenoxydhämoglobinbestimmung zu berechnen und damit in die Eichkurven einzugehen. Ist der Quotient der isosbestischen Punkte $E_{577}/E_{597} = 8{,}2 \pm 0{,}6$, dann sind die oben erwähnten Fehler ausgeschlossen. Die mitgeteilten Ergebnisse sind sehr befriedigend.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 173—178 (1958). Univ. of Otago, Dunedin (Neu Seeland). H. Specker

Eine Methode zur Bestimmung von Coenzym A (CoA) in Geweben teilen S. Dubost, J. J. Brignon und R. Wolff[1] mit. Sie beruht auf der mikrobiologischen Auswertung des durch fermentative Hydrolyse aus CoA frei gewordenen Pantetheins. Unter den eingehend ermittelten optimalen Versuchsbedingungen erhält man reproduzierbare Werte, die mit denen der Methode von G. D. Novelli, N. O. Kaplan und F. Lipmann[2] gut übereinstimmen. Gleiche molare Konzentrationen von Pantothensäure und Pantethein besitzen unter den Versuchsbedingungen gleiche Wuchsstoffwirkung auf L. Arabinosus. — *Ausführung.* Man entnimmt die Organe, in denen CoA bestimmt werden soll, sogleich nach dem Tode, kühlt sie in Eis, trocknet mit Filtrierpapier, wägt und homogenisiert im gekühlten Apparat nach Potter-Elvejhem. Die dazu benutzte Menge gekühlten Wassers berechnet man so, daß 50 mg Organ/ml resultieren. Man kocht kurz auf, filtriert oder zentrifugiert und kann die Lösung in geschlossener Flasche mehrere Monate im Kühlschrank aufbewahren. In den Organextrakten bestimmt man die *freie Pantothensäure* nach H. R. Skeggs und L. D. Wright[3], wobei ihre Konzentration etwa 50 mμg Calciumpantothenat/ml entsprechen soll. Zur Bestimmung der *Gesamtpantothensäure* inkubiert man mit Phosphatase, wodurch Pantothein aus CoA in Freiheit gesetzt wird. In ein Bestimmungsröhrchen bringt man 2 ml Organextrakt (bei Organen, die sehr viel CoA enthalten, eine Verdünnung von 1:2), 0,4 ml Phosphataselösung (siehe unten) mit 45 Einheiten nach G. Schmidt und S. J. Thannhauser[4]/ml und 0,1 ml 0,12 m Natriumhydrogencarbonatpufferlösung, beläßt 3 Std im Thermostat bei 37° C und kühlt ab. Die mikrobiologische Bestimmung erfolgt in einer Verdünnung, die 50 mμg Calciumpantothenat/ml entspricht. Mit 0,8; 1,2; 1,5 und 2 ml dieser Verdünnung setzt man nach Auffüllen mit Wasser auf 2 ml (soweit erforderlich) Doppelbestimmungen an. Dazu versetzt man jede Probe mit 3 ml einer auf p_H 6,6—6,8 eingestellten Mischung aus 2,5 ml Kulturflüssigkeit nach Skeggs und

Wright[3] und 0,5 ml einer Lösung von Cysteinhydrochlorid in Wasser (20 mg/ml). Für die Bestimmungen (freie und gesamte Pantothensäure) benutzt man als Vergleichslösungen Doppelansätze, die 0, 20, 40, 60, 80 und 100 mμg Calciumpantothenat/Röhrchen enthalten. Die Röhrchen werden verschlossen, 15 min bei 121° C im Autoklaven sterilisiert, abgekühlt, mit L. Arabinosus beimpft, in ein Gefäß unter 100%ige CO_2-Atmosphäre gebracht und 30 Std in einen Brutschrank von 37° C gestellt. Dann vergleicht man bei gelbem Licht im Photocolorimeter. Pantothensäure aus CoA ist gleich Gesamtpantothensäure minus freier Pantothensäure, wobei die Werte in μg Calciumpantothenat ausgedrückt werden. — *Phosphatase aus Darmschleimhaut.* Von den ersten 2 m Dünndarm eines frisch geschlachteten Kalbes schabt man nach gründlichem Spülen mit Wasser die Schleimhaut mit einem Holzspatel ab und versetzt mit dem dreifachen Volumen Wasser. Nach Einstellen auf p_H 9 mit Na_2CO_3 schüttelt man 30 min lang kräftig. Die milchartige Emulsion gibt man durch ein Koliertuch, versetzt mit 2 g/100 ml Pankreatin, das mit Wasser angerührt worden ist, bedeckt mit einer Toluolschicht und läßt 72 Std bei 37° C im Brutschrank stehen. Die wäßrige Phase filtriert man durch ein angefeuchtetes Faltenfilter und erhält eine gelbliche Flüssigkeit, die man nach Schmidt und Thannhauser[4] auf ihre Phosphataseaktivität prüft.

[1] Bull. Soc. Chim. biol. **39**, 927—945 (1957); Fac. Méd. Nancy (Frankreich). — [2] J. biol. Chemistry **177**, 97 (1949). — [3] J. biol. Chemistry **156**, 21 (1944). — [4] J. biol. Chemistry **149**, 369 (1943). E. Müller, Würzburg

Zur Bestimmung der Catecholaseaktivität der Tyrosinase beschreiben M. A. El-Bayoumi und E. Frieden[1] eine spektrophotometrische Methode. Dazu wird Ascorbinsäure benutzt, die das von der Tyrosinase aus Catechol gebildete o-Benzochinon reduziert. Die Gesamtreaktion läuft nach folgendem Schema ab: Ascorbinsäure + $^1/_2$ O_2 $\rightleftharpoons$ Dehydroascorbinsäure + H_2O. Die enzymatische Aktivität wird durch Messung der Abnahme der Lichtdurchlässigkeit bei 265 mμ bestimmt. Diese Wellenlänge entspricht dem Absorptionsmaximum für das Ascorbation. Die Einflüsse der Enzymkonzentration und des p_H-Wertes werden diskutiert. Schließlich wird das Verfahren u. a. auf die *Bestimmung der Ascorbinsäure* in biologischem Material angewandt, bei der sowohl die Ascorbinsäureoxydase als auch die Tyrosinase benutzt werden können. Die verschiedenen Arbeitsvorschriften sind angegeben.

[1] J. Amer. chem. Soc. **79**, 4854—4858 (1957). Florida State Univ. (USA). B. Rossmann

Eine Halbmikromethode zur Bestimmung von N,N-Dimethyl-p-phenylendiamin-(DPP)-Oxydase im Blut, die schnelles, serienmäßiges Arbeiten ermöglicht, wird von L. Goldschmidt[1] beschrieben. Die Ergebnisse zeigen, daß die DPP-Oxydaseaktivität im Blut von Geisteskranken erhöht ist. — *Ausführung.* 1. Venöses Blut wird mit Na-Heparinat (1 Tropfen auf 10 ml) versetzt und nach 1 Std Stehen mit 2000—3000 U/min zentrifugiert. 2. Eine 0,2%ige DPP-HCl-Lösung in isotonischem HCl-Phosphatpuffer von p_H 7,0 (75 ml NaCl-Lösung [1,2 g/100 ml] + 25 ml Phosphatpufferlösung [hergestellt aus 72 ml 0,067 m Na_2HPO_4- und 28 ml 0,067 m KH_2PO_4-Lösung]) wird angesetzt und ist gebrauchsfertig, wenn sie nach 15—25 min eine Extinktion von 0,5—0,6 bei 545 mμ in einer Coleman-Küvette zeigt. 3. 0,2 ml Plasma werden mit 1 ml isotonischem HCl-Phosphatpuffer versetzt und in einer Coleman-Küvette mit 1 ml der DPP-Lösung zusammengebracht. Nach 5 min wird die Reaktion durch Zugabe von 1 Tropfen 0,2%iger NaCN-Lösung in isotonischem Phosphatpuffer gestoppt und das entstandene Oxydationsprodukt bei 545 mμ colorimetriert. Zuviel NaCN-Lösung verursacht zu hohe Extinktionen.

[1] Clin. Chemistry **3**, 738—743 (1957). Creedmoor Inst. psychobiol. Studies, Queens Village, N. Y. (USA). Ursula Baumann

Namen- und Sachverzeichnis des 166. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

A.B.C.M.-S.A.C.-Committee, Methoden zur Chlor-, Cyanid-, Rhodanid-, Fluorid-, Formaldehyd-, Sulfit- und Thiosulfat-Bestimmung in Industrieabwässern 56. — Bestimmung synthetischer Waschmittel in Abwässern 57

Abdine, H., siehe Flaschka, H.

Abou-Elnaga, M. A., siehe Elbeih, I. I. M.

Adams, E. Q., siehe Waitzman, M. B.

Addison, L. M., E. H. Spencer und E. M. Charlet. Anwendung eines Lochkartensystems im analytischen Laboratorium 131

Agazzi, E. J., siehe White, T. T.

Aldridge, W. N. Bestimmung von Cyanid und Rhodanid 56

Alicino, J. F. Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen, Übersicht über die Bestimmungsmethoden 48

Allmark, M. G., siehe Mannell, W. A.

Amaral, J. R., siehe Feigl, F.

Anderson, J. R. A., B. Crawford und J. L. Garnett. Naphthalinderivate zum fluorimetrischen Nachweis von zweiwertigem Zinn 144

Antonescu, E., siehe Pirtea, Th. I.

Antonescu, I., siehe Burlacu, G.

Antoniades, H. N., J. L. Tullis, L. H. Sargeant, R. B. Pennell und J. L. Oncley. Nephelometrische Bestimmung von β-Lipoproteiden im menschlichen Serum 232

AOAC. Bestimmung von organischen Nitraten 451

Arent, H., siehe Kick, H.

Ariton, N., siehe Popper, E.

Aronsson, T., und A. Grönwall. Papierelektrophoretische Trennung von Serumproteinen 229

Asmus, E., und H. Garschagen. Bestimmung von Pyridin und Pyridinderivaten 386

Asmus, E., und H.-F. Kurandt. Bestimmung von Pyridin und Pyridinderivaten 386

Ašratova, Š. K. Bestimmung von Fluor in Kryolith 208

Astrachan, L., siehe Jacobson, K. B.

Athanail, G., und P. G. Cabaud, Bestimmung des wahren Blutglucosegehaltes im Serum 461

Aumann, H., siehe Kielhöfer, E.

Auterhoff, H., und N. Maiss. Papierchromatographische Identifizierung von Anthrachinondrogen 449

Ayres, G. H., B. L. Tuffly und J. S. Forrester. Bestimmung von Rhodium und Platin 59

Babaev, M. V., siehe Kostjanovskaja, N. M.

Babko, A. K., und P. V. Marčenko. Bestimmung von Cadmium, Blei und Wismut bei der Analyse von hitzebeständigen Legierungen 203

Baev, F. K., R. I. Frenkel' und Z. I. Storoženko. Bestimmung von Thiosulfat und Rhodanid in Sulfidierungsbädern 209

Baiulescu, Gh., und C. I. Ciurea. Beitrag zum Studium der analytischen funktionellen Gruppen für Uran(VI) 5 [Or]

Bakács-Polgár, E., und L. Szekeres. Schnelle Fällungsmethode zur Bestimmung von Phosphat- und Sulfationen nebeneinander 406 [Or]

Baldwin, W. H., und C. E. Higgins. Bestimmung von Phosphor- und Schwefelsäureestern oder Halogeniden 377

Baljet, H. Bestimmung von Glykosiden 451

Baluja-Marcos, G. Bestimmung von Quecksilber und Phosphor in Quecksilberorganischen Verbindungen 284

Banes, D. Bestimmung von Digitoxin 221

Barefoot, R. D., siehe Williams, D. D.

Bark, L. S., und W. F. Jones. Trennung und Nachweis des Magnesiums und der Alkalien 135

Bartlet, J. G., und J. H. Mahon. Identifizierung von Ölen und Nachweis von Verfälschungen in Speiseölen 159

Bartlett, A. F. F., siehe Dixon, B. E.

Bartoň, J., siehe Kuraš, M.
Bartos, J. Flavyliumperchlorat als analytisches Reagens 45
Bašun, Z. S., siehe Moračevskij, Ju. V.
Bauer, S. T., R. E. Price und P. R. Gill. Bestimmung des Unverseifbaren in Tallöldestillaten 396
Baulieu, E. E., siehe Weinmann, S. H.
Baye, L. J., siehe Wilson, R. F.
Bayer, I. Nachweis von Emetin auf Papierchromatogrammen 224. — Siehe auch Hochmann, K.
Beamish, F. E., und W. A. E. McBryde. Colorimetrische Bestimmungsmethoden von Platinmetallen 157
Beaver, J. J., siehe Kaunitz, H.
Bechtel, W. G., und C. M. Hollenbeck. Bestimmung von Vitamin B_1 in Getreide 296
De Beer, Z., siehe Mason, G. L.
Beeson, K. C., siehe Lazar, V. A.
Beklešova, G. E., siehe Usatenko, Ju. I.
Belcher, R., R. A. Close und T. S. West. o,o′-Dihydroxyazo-Indicatoren für ÄDTA-Titrationen 45
Bennet, E. L., J. H. Harley und R. M. Fowler. Bestimmung von Kohlendioxyd 303
Bennett, C. E., S. Dal Nogare, L. W. Safranski und C. D. Lewis. Gaschromatographische Spurenanalyse 40. — Siehe auch Dal Nogare, S.
Bennett, S. J., und L. C. Covington. Bestimmung von Sauerstoff in Titan 305
Berg, E. W., und M. C. Day. Bestimmung von Kupfer mit 2-Furoyltrifluoraceton 133
Berg, E. W., und W. L. Senn jr. Verteilung von Chlorokomplexen der Platinmetalle zwischen Tributylphosphat und wäßriger Salzsäure 157
Berg, H., siehe König, K.-H.
Bergamini, C., und M. Maltagliati. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 49
Berka, A., und J. Zýka. Oxydimetrische Bestimmung von Weinsäure 383
Bernal, A. A., siehe Giménez Estelles, L.
Beverly, M. L., siehe Dean, J. A.
van Bevervoorde, B. F. E., siehe van Nieuwenburg, C. J.
Bhuchar, V. M., und M. R. Verma, Nachweis und Trennung von Titan und Chrom 371
Bisso, J. D., siehe Haff, L. V.
Blake, M. I. Analyse phenolhaltiger ätherischer Öle 445
Blank, V. B. Bestimmung des Hämoglobins 237
Blažek, J., und Z. Stejskal. Amperometrische Bestimmung von Dimethylamino-acetylphenthiazin 451
Blinn, R. C., siehe Gunther, F. A.
Bloch, L. Abtrennung von Zink aus Nickelsalzlösungen 319
Bobalek, E. G., und S. A. Shrader. Bestimmung von Wasserstoff in Magnesium nach der Verbrennungsmethode 303
Bobtelsky, M., und J. Eisenstadter. Bestimmung von Quecksilber 137
den Boef, G. Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse. I. Allgemeines 321 [Or]
den Boef, G., J. den Boef-Nugteren und B. van Laar. Die Anwendung von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse. II. Die Bestimmung von Arsen(III) und Tellur(IV) 422 [Or]
den Boef-Nugteren, J., siehe den Boef, G.
Böhler, K. Bestimmung des Gesamtcholesterins im Serum 234
Boelhouwer, C., siehe Waterman, H. I. (J.)
Boetius, M., G. Gutbier und H. Reith. Bestimmung von Halogen und Schwefel einer Einwaage, in organischen Verbindungen 286
Bok, L. D. C., und V. C. O. Schuler. Trennung von Eisen(III) und Aluminium durch Anionenaustausch 155
Boltz, D. F., und M. G. Mellon. Phosphorbestimmung 372. — Siehe auch Lueck, C. H.
Boog, W., und E. D. Kunst. Nachweis und Bestimmung von tertiären Butylgruppen in Kohlenwasserstoffen 376
van den Bossche, W., und J. Hoste. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt 156
Bot, O., siehe Burlacu, G.
Boulin, R. Bestimmung kleiner Kohlenstoffgehalte in Stählen 66
Bowness, J. M. Bestimmung von Glucuronsäure, Glucose und Pentosen in gewissen sauren Polysacchariden und im Urin 233
Boyle jr. W. G., und R. J. Robinson. Titration von Cu, Zn, Cd, Ni, Pb und U^{VI} 134
Bradford, E. C., siehe Fritz, J. S.

Brake, L. D., W. M. McNabb und J. F. Hazel. Spektralphotometrische Bestimmung von Nickel 156
Brandt, W. W., und A. A. Duswalt jr. Heterometrische Bestimmung von Fluorid 153
Bretthauer, G., siehe Koch, J.
Brignon, J. J., siehe Dubost, S.
Brooks, F. R., siehe White, T. T.
Brückner, J., und F. B. Desmond. Spektralphotometrische Bestimmung von Kohlenoxydhämoglobin im menschlichen Blut 463
Brunisholz, G. Trennung der Seltenen Erden als Salze der Äthylendiamintetraessigsäure 141
Bryan, F. R., siehe Parsons, J. L.
Buben, F., und J. Körbl. Bestimmung von Wismut in pharmazeutischen Präparaten 444
Buděšínský, B., und J. Vachek. Bestimmung von Nicotinaldehydthiosemicarbazonhydrochlorid 453
Bufatin, O. I., A. N. Zaidel und N. I. Kaliteevskij. Spektrochemische Bestimmung von Platin und Palladium in Uran 59
Burdett L. W. siehe Marple T. L.
Burlacu G., O. Bot und I. Antonescu. Polarographische Bestimmung von Kupfer, Blei, Cadmium und Zink in Bleikonzentraten 68
Burness A. T. H. und H. K. King. Papierchromatographischer Nachweis von Fettsäuren mit Ninhydrin 380
Burriel-Martí, F., J. Ramírez-Muñoz, und M. L. Rexach-M. de Lizarduy. Bestimmung von Calcium als Verunreinigung in Kaliumdichromat 318
Burrows, W. D. siehe Radell, J.
Butler, C. G., siehe Wilson, F. P.
Butler, C. P., siehe Haff, L. V.
Butler, T. J., siehe Frankenthal, R. P.
Butylkin, L. P., siehe Krejmer, S. E.

Cabaud, P. G., siehe Athanail, G.
Cadiot, P., siehe Chodkiewicz, W.
Calò, A., A. Mariani und O. Mariani-Marelli. Eigenschaften von Promazin, Chlorpromazin sowie Trennung 220
Campanile, V. A., siehe White, T. T.
Cannon, H. J., siehe Martin jr., J. M.
Cannon, J. H. Automatische Titrationsvorrichtung zur Schnellbestimmung von Chlorid 154
Cannon J. H., und R. F. Heuermann. Bestimmung von organischen Nitraten 452
Carioto R. A., siehe Mannell W. A.
Carpenter K. J., und E. Kodicek. Bestimmung von Nucleotiden 240
Carroll B., H. B. Tillem und E. S. Freeman. Photoelektrisches Polarimeter 132
Carson R. B., siehe Shearer D. A.
Casida, L. E., siehe Loy R. G.
Cerkovnickaja I. A., siehe Moračevskij Ju. V.
Cerri O., und A. Spialtini. Bestimmung von Meprobamat 217
Chadejev V. A., und A. K. Ždanov. Bestimmung von Kupfer und Zink in Legierungen 201
Chang T. L., und C. Karr jr. Bestimmung von Pyridinen und Chinolinen in Kohlenteerfraktionen 391
Charlet, E. M., siehe Addison, L. M.
Charonnat, R., M. Miocque und J. Yonger. Nachweis quartärer Ammoniumverbindungen in der Milch 294
Chen, Yung-Chao, siehe Liang, Shu-Chuan
Cheng, K. L. Mikrobestimmung von Uran mit 1-(Pyridylazo)-2-naphthol 142. — Ausnutzung des Redox-Verhaltens von Kobaltchelaten 375
Cheronis, N. D., und V. M. Levey. Reaktion von Carbonylverbindungen mit Dinitrophenylhydrazin 380
Cheronis, N. D., H. Stein und V. M. Levey. Reaktion von Carbonylverbindungen 380
Cherrier, N., siehe Munier, R.
Cheshire, J. D., siehe Scott, R. P.
Chirnoagă E., siehe Irimescu, I.
Chodkiewicz, W., und P. Cadiot. Bestimmung von Brom in bromierten Acetylenen 288
Chowdhury, J. B. R., siehe Majumdar, A. K.
Christau, B. Spektralphotometrische Bestimmung von Arsen 148
Cincevič, Je. P., und G. Je. Nazarova. Trennung des Galliums von Blei und Cadmium durch Ionenaustausch 143
Ciurea, C. I., siehe Baiulescu. Gh.
Clavier, A., und J. Pouradier. Bestimmung von mineralischen Verunreinigungen in Gelatine und Leim 213
Cline R. W., R. E. Simmons und W. R. Rossmassler. Bestimmung von Chrom(III) neben größeren Mengen Chromat 152
Close R. A., siehe Belcher, R.

Closs K. Reagens zum Nachweis und zur Bestimmung von Eiweiß im Urin 231
Codell M., und G. Norwitz. Bestimmung von Wasserstoff in Magnesium 303
Coleman C. M., und G. Middlebrook. Bestimmung von langkettigen Fettsäuren 382
Collins F. D., siehe Pitt G. A. J.
Conkin R. A., siehe Gunther F. A.
Conu I., siehe Frehden O.
Cooke F., und C. E. A. Shanahan. Bestimmung des zinn- und eisenlegierten Zinngehaltes von Weißblech 62
Cormier M., und P. Jouan. Chromatographische Trennung von Glyceriden, Steroiden und Cholesterin 74
Cornelissen J., J. A. Waterman und H. I. (J.) Waterman. Ringanalysendiagramme für Mineralölfraktionen 392, 442. — Siehe auch Waterman, H. I. (J.)
Cornwell, D. G., siehe Oncley, J. L.
Courteix J., siehe Martin F.
Covington L. C., siehe Bennett, S. J.
Crăciuneanu, R., siehe Popper, E.
Crane, F. A., siehe Smolenski, S. J.
Crawford, A., J. G. Palmer und J. H. Wood. Bestimmung von Arsen in Kohle und Koks 390
Crawford, B., siehe Anderson, J. R. A.
Cremer, E., und R. Haupt Quantitative gaschromatographische Bestimmungen im Mikrogrammbereich 122
Crépy, O., M. F. Jayle und F. Meslin. Chromatographische Trennung und Reinigung der Sulfate und Glykuronide der im Urin vorkommenden 17-Ketosteroide 78. — Trennung der Sulfate und Glykuronide der Phenolsteroide im Urin von Hochschwangeren 78. — Siehe auch Weinmann, S. H.
Critchley, J. P., J. Friend und T. Swain. Unterscheidung von Aldehyd- und Ketogruppen in Oxydationsprodukten von Polyenen 398
Cruse, K., siehe Weber, Th.
Čůta, F., und Z. Kučera. Coulometrische Titration von Mono- und Dihydroxybenzol mit Halogenen 385
Dacenko, O. V. Bestimmung von Calcium und Magnesium in Eisenerzen 208
Dahmen, E. A. M. F., siehe van Meurs, N.
Dal Nogare, S., siehe unter „N"
Davídek, J., und O. Manoušek. Bestimmung von Rutin in pharmazeutischen Präparaten 453
Davis, jr., R. T., siehe Frankenthal, R. P.
Dawson, J., und R. J. Magee. Trennung von Antimon und Zinn durch Anionenaustausch 306. — Bestimmung von Antimon, Zinn und Blei in Weißmetall und Zinnlegierungen 307
Day, M. C., siehe Berg, E. W.
Dean, J. A., und M. L. Beverly. Bestimmung kleiner Chrommengen 152
De Beer, Z., siehe Mason, G. L.
Debro, J. R., H. Tarver und A. Korner. Bestimmung von Serumalbumin und Serumglobulin nebeneinander 231
Deltombe, J., und G. Leboutte. Colorimetrische Bestimmung von Amylocain 218
Den Boef, G., siehe unter „B"
Den Boef-Nugteren, J., siehe den Boef, G.
Desalbres, L., und R. Dubéarnès. Bestimmung von Harzsäuren nach der Art der Abietinsäure 397
De Sesa, M. A., siehe Nietzel, O. A.
Desmond, F. B., siehe Brückner, J.
De Witt, J. B., siehe unter „W"
Dey, A. K., siehe Mukherji, A. K.
Dhareshwar, B. V., siehe Krishnamurti, K.
Dickinson, W. E. Stickstoffbestimmung in Verbindungen mit NO_2- bzw. >N—N<-Gruppierung 286
Diemair, W., und K. Franzen. Zur Analytik der Sorbinsäure. I. Teil 246 [Or]. — Zur Analytik der Sorbinsäure. II. Teil 325 [Or]
Diemair, W., H. Janecke und G. Krieger. Gerbstoffbestimmung im Wein 159
Diemair, W., und H. H. Weichel. Nachweismöglichkeit von Alginsäure und Alginaten 292
Dietrich, H., und P. von Polheim. Einfaches Verfahren zur Rückgewinnung des Molybdäns aus molybdänhaltigen Filtraten der Phosphorsäurebestimmung 18 [Or]
Dixon, B. E., G. C. Hands und A. F. F. Bartlett. Bestimmung von Cyanwasserstoff in der Luft 300
Doguchi, K., siehe Fukamauchi, H.
Dragon, G. Nachweis der Antiseptica und Antibiotica in der Trinkmilch 295

Dubéarnès, R., siehe Desalbres, L.
Dubost, S., J. J. Brignon und R. Wolff. Bestimmung von Coenzym A in Geweben 463
Dubský, H. E., siehe Janák, J.
Dušinský, G., und O. Lišková. Maßanalytische Bestimmung von N-Alkylaminoderivaten des Phenthiazins 450
Duswalt jr., A. A., siehe Brandt, W. W.
Duvall, M. R., siehe Klotz, A. P.

Eberhard, R., siehe Fleury, P.
Eberly jr., P. E., siehe Mair, B. J.
Eddy, C. R., siehe White jr., J. W.
Edwards, J. W., siehe Milner, G. W. C.
Eggertsen, F. T., und F. M. Nelsen. Gaschromatographische Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in Maschinenauspuffgasen und Stadtluft 299
Egle, H., siehe Schrepfner, R.
Ehrlich, P., und Th. Keil. Kieselsäurebestimmung durch Destillation von H_2SiF_6 in einer Silberapparatur 254 [Or]
Ehrlich, R., siehe Telep, G.
Eichenberger, J. Bestimmung der Spritzmittelrückstände als Aufgabe der Lebensmittelkontrolle 55
Eichhoff, H. J., und G. Titschack. Nachweis der Reinheit eines Paraffins 394
Eisenstadter, J., siehe Bobtelsky, M.
Ekelund, S. Bestimmung von Aminosäuren in biologischen Füssigkeiten, Extrakten und Hydrolysaten 227
El-Bayoumi, M. A., und E. Frieden. Bestimmung der Catecholaseaktivität der Tyrosinase 464
Elbeih, I. I. M., und M. A. Abou-Elnaga. Papierchromatographische Trennung von Kationen 41. — Siehe auch Pollard, F. H.
Elkington, R. H., siehe Hayden, K. J.
Elving, P. J., siehe Olson, E. C.
Endres, H., siehe Hörhammer, L.
Epstein, J. H., siehe Roe, J. H.
Erdey, L., und J. Inczédy. Titrationen mit Wasserstoffperoxyd- und Natriumhypobromitmaßlösungen 410 [Or]
Erdey, L., und Gy. Rády. Redoxtitrationen in nicht wäßriger Lösung 127
Eršova, A. P., siehe Korž, P. D.
Esposito, G. G., siehe Swann, M. H.
Etemad-Moghadame, P. Theorie, Arbeitsweise und Anwendungsmöglichkeiten der Gaschromatographie 121
von Euler, U. S., und I. Floding. Adsorption von Adrenalin und Noradrenalin an Aluminiumoxyd 234
Eyler, R. W., Bestimmung von Carboxymethylcellulose 397

Fabrikova, E. A., siehe Saltykova, V. S.
Faingold, S. G., Bestimmung ungesättigter Kohlenwasserstoffe in Rohbenzol und Benzolfraktionen 212
Farag, A., siehe Korkisch, J.
Farah, M. Y., und S. Z. Mikhail. Trivalent Molybdenum as Volumetric Reducing Agent 24 [Or]
Farmilo, C. G., siehe Kum-Tatt, L.
Favelukes, G. Bestimmung der Fumarase in Bäckereihefe 298
Febvre, M. P. Vitali-Reaktion zum Nachweis von Atropa-Alkaloiden 223. — Bestimmung der Belladonna-Alkaloide 222
Fedoseev, P. N. Absorption der Schwefeloxyde durch Silicate bei der Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 48
Fedoseev, P. N., und N. P. Ivašova. Bestimmung von Stickstoff und Halogenen sowie Stickstoff, Schwefel und Halogenen in organischen Substanzen 48
Feigl, F. Bestimmung von Scillaglykosiden 451
Feigl, F., und J. R. Amaral. Spezifischer Nachweis von Stickstoff in organischen und anorganischen Verbindungen 285. — Vorprüfung auf stickstoff- und sauerstoffhaltige Atomgruppen in organischen Verbindungen 379
Feldman, C. Spektralanalytische Arbeitsmethode 317
Ferguson, W. C., und E. H. Howard. Massenspektrometrische Analyse des Isoparaffingehaltes in olefinfreien Benzinen 212
Ferrari, G. Colorimetrische Bestimmung von HNO_2, $H_2N_2O_2$, NH_2OH und NH_4OH nebeneinander 146
Fett, E. R., siehe Malmstadt, H. V.
Fichtengolc, V. S., und N. P. Kozlova. Bestimmung von Nickelcarbonyl in der Luft 56
Field, F. H., und S. H. Hastings. Analyse von Kohlenhydrierungsprodukten 392
Fiker, S., und V. Hájek. Papierchromatographische Trennung höherer gesättigter Fettsäuren 381

Fischer, F. O. Manometer zur C-H-Bestimmung in der Elementaranalyse 46
Fisher, D. J., siehe Kelley, M. T.
Fiškova, N. L. Spektralanalyse von Lagermetall 61
Flaschka, H., und H. Abdine. Kaliumbestimmung 293
Flavian, N., siehe Thouvenot, J.
Fleischer, K. D., siehe Southworth, B. C.
Fleishman, D. M., siehe Papucci, R. A.
Fleury, P., Apparatur zur Ammoniakbestimmung 302
Fleury, P., und R. Eberdard. Fällung von Protein 230
Fljantikova, G. V., siehe Nazarenko, V. A.
Floding, I., siehe v. Euler, U. S.
Flück, H., siehe Hegnauer, R.
Fogel'son, E. I. Bestimmung von Kieselsäure als Silicomolybdänblau und nicht hydrolysierenden Äthylsilikaten 215
Ford, L. A., siehe Hayden, A. L.
Forrester, J. S., siehe Ayres, G. H.
Fowler, R. M., siehe Bennet, E. L.
Frad, W. A., und P. G. Herold. Bestimmung von Graphit in magnetithaltigen Katalysatoren 318
Francis, C. V. Fällung von Carboxymethylcellulose 397
Franglen, G., und C. Gosselin. Elektrophorese in Stärkegel 123
Franken, E., siehe Rink, M.
Frankenthal, R. P., T. J. Butler und R. T. Davis jr. Bestimmung von Oxyden auf Zinnplattierungen 305
Franzen, K., siehe Diemair, W.
Freeman, E. S., siehe Carroll, B.
Frehden, O., und I. Conu. Bestimmung von Kupfer(I) neben Kupfer(II) 133
Frenkel', R. I., siehe Baev, F. K.
Friedel, R. A., siehe Sharkley jr., A. G.
Frieden, E., siehe El-Bayoumi, M. A.
Friend, J., siehe Critchley, J. P.
Fritz, J. S., und Bradford, E. C. Nachweis von Uran(VI) und Thorium (IV) mit Arsenazo 142
Fritz, J. S., R. T. Oliver und D. J. Pietrzyk. Arsenazo als Indicator bei ÄDTA-Titrationen 127
Frodl, V., siehe Gatterer, A.
Frömel, W. Bestimmung von Vitamin A und D 296
Frydman, B. J., A. L. Montes und A. Troparevsky. Chromatographische Trennung ätherischer Öle 445. — industriell interessierender Öle 446; wenig oder nicht bekannter argentinischer Öle 446
Fryxell, R. E. Bestimmung kleiner Kohlenstoffmengen in Metallen 303
Fukamauchi, H., M. Sekiguchi und K. Doguchi. Colorimetrische Bestimmung von Borsäure 140
Furst, A., siehe Skoog, D. A.

Gačev, E. Bestimmung von Gesamteiweiß in lipoidhaltigem Serum 230
Gačev, E., und D. Mutavčijev. Bestimmung von Fibrinogen im Blut 232
Gál, Gy., siehe Tokár, G.
Galt, J., siehe McCurdy jr., W. H.
Garate, M. E., und M. T. Garate. Bestimmung von Blei, Kupfer, Antimon und Zinn in Lagermetallen 61
Garate, M. T., siehe Garate, M. E.
Garnett, J. L., siehe Anderson, J. R. A.
Garschagen, H., siehe Asmus, E.
Gasparič, H., siehe Večeřa, M.
Gasparič, J., und M. Matrka. Nachweis N-alkylierter Benzidine 387
Gasparič, J., J. Petránek und M. Večeřa. Nachweis N-alkylierter Benzidine 387
Gasparič, J., und M. Večeřa. Nachweis N-alkylierter Benzidine 387
Gatterer, A., und V. Frodl. Selenbestimmung 314
Gautier, J. A., siehe Miocque, M.
Gavrilova, S. A., siehe Šachova, Z. F.
Genevois, L., und M. Lafon. Bestimmung von sek. Butanol und Isopropanol in vergorenen Flüssigkeiten sowie Wein 158
Gerchardt, L. I., siehe Zaikovskij, F. V.
Gerosa, V., und M. Melandri. Bestimmung der Hormons 17-Oxyprogesteroncapronat in einem Gemisch von Benzinbenzoat und Ricinusöl 79
Gerstenfeld, S., siehe Saifer, A.
Gertz, K. H., und H. H. Loeschke. Elektrode zur Bestimmung des CO_2-Druckes 43
Getrost, H., siehe Kohlschütter, H. W.
Geyer, R., Bestimmung von Sulfat 287
Giesekus, H. Automatisches Trübungstitrationsphotometer 131
Gill, P. R., siehe Bauer, S. T.
Gimblett, F. G. R. Gaschromatographische Trennung von Phosphonitrilchloriden 73

Giménez Estelles, L., und A. A. Bernal. Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 136
Gladyšev, V. P., und G. A. Tolstikov Tüpfelnachweis und Bestimmung von Fluor 373
Glasgow jr., A. R., R. J. Gordon, C. B. Willingham, B. J. Mair und F. D. Rossini. Untersuchungen von Bezinfraktionen 392
Gloesener, E. Bestimmung von Geneeserin in pharmazeutischen Zubereitungen 457
Goia, I., siehe Ionescu, M.
Goldman, F. H., und H. Yagoda. Bestimmung von Carbonylverbindungen in der Atmosphäre 299
Goldschmidt, J. M. E. siehe Kertes, A. S.
Goldschmidt, L. Halbmikrobestimmung von N,N-Dimethyl-p-phenylendiamin-Oxydase im Blut 464
Goldstein, G., D. L. Mannig und O. Menis. Bestimmung von Molybdän in Thoriumoxydschlamm Stahl und Uranylsulfatlösung 206
Goldstein, N. P. siehe Roe J. H.
Golovatij, R. N. Trennung des dreiwertigen Eisens von anderen Metallen 374
Gómez Vigide, R. F. Bestimmung von Stickstoff 47
Gordejeva, M. N. siehe Moračevskij Ju. V.
Gordon, L., siehe Teicher H.
Gordon, R. J. siehe Glasgow jr. A. R.
Gori, E. Bestimmung von Ascorbinsäure im Gewebe 236
Gorjajev, M. I., R. N. Sazonova und I. M. Šabanov. Bestimmung von Ephedrin, Pseudoephedrin in Ephedra 222
Górski, M., und S. Moskal. Bestimmung von Kalium im Boden 210
Gorštejn, G. I. Fehler bei der indirekten Bestimmung von Mikrokomponenten in festen Phasen 131
Gosselin, C., siehe Franglen, G.
Got, C., siehe Owen, J. A.
Gotta, A. Bestimmung von Sauerstoff in Stahl 311
Gottlieb, O. R., und M. Taveira Magalhães. Maßanalytische Bestimmung von Nitrat undNitrit 147
Grabar, D. G., siehe D. E. Laskowski
Grat-Cabanac, M. Bestimmung von Eisen mit α,α'-Dipyridyl 154
Grau, R., und A. Mirna. Untersuchung von Schweineschmalz 290
Green, D. E., D. Herbert und V. Subrahmanyan. Reinigung von Carboxylase 53
Greene, S. A., und H. Pust Bestimmung von Stickstoffdioxyd 146
Gröger, D. Bestimmung von Aminosäuren im Honigtau des Mutterkorns 225
Grönwall, A., siehe Aronsson, T. sowie Köiw, E.
Gross, S. K., K. Sarkanen und C. Schuerch. Bestimmung des Molekulargewichtes von Ligninpräparaten 215
Grubitsch, H., N. Özbil und K. Kluge. Zur titrimetrischen Bestimmung des Wolframations als Bleiwolframat 114 [Or]
Guillaume, J., siehe Osteux, R.
Guillot, L., siehe Vizern, J.
Gunther, F. A., R. C. Blinn, M. J. Kolbezen, C. W. Wilson und R. A. Conkin. Absorption und Desorption von Ammoniak an Citrusfrüchten und Verpackungsmaterial 298
Sen Gupta, I., siehe unter „S"
Gutbier, G., siehe Boetius, M.
Gutmann, V., siehe Schöber, G.
Guy, J., siehe Weinmann, S. H.

Hadorn, H., und R. Jungkunz. Bestimmung von Coffein in Kaffee-Extrakten 296
Haff, L. V., C. P. Butler, und J. D. Bisso. Bestimmung von Fluor in Aluminiumfluorid 317
Hager, W. Bestimmung der Ölgehalte von Paraffinen und Paraffingatschen 394
Hahn, F. L. Schnellbestimmung von Carbonaten 243 [Or]
Hais, I. M., siehe Šiblíková, O.
Hájek, V., siehe Fiker, S.
Hall, J. I., siehe Haslam, J.
Hamaguchi, H., N. Ikeda und T. Kawashima. Isolierung von trägerfreiem Yttrium aus dem radioaktiven System Strontium-Yttrium 366
Hands, B. C., siehe Dixon, B. E.
Hanousek, V., siehe Matrka, M.
Hansen, J., und C. R. Hodgkins. Feuchte Veraschung zur Bestimmung von Metallspuren in Petroleumfraktionen 393
Harley, J. H., siehe Bennet, E. L.
Harris, W. E. Bestimmung von Spuren Fluorid 153
Harrison, A. P., siehe Robinson, A. R.
Hart, P. J., siehe Russell, G.

Hartkamp, H. Untersuchung von Metallchelaten 442
Harvey, C. O., und K. L. H. Murray. Bestimmung seltener Elemente in Silicaten 314
Hashitani, H., siehe Motojima, K.
Haslam, J., und J. I. Hall. Bestimmung von Chlor in Polyvinylchlorid und verwandten Polymeren 399
Hasler, M. F. Einsatzmöglichkeiten der Röntgenfluorescenzanalyse und der Spektralanalyse 439
Hastings, S. H., siehe Field, F. H.
Haupt, R., siehe Cremer, E.
Hayden, A. L., L. A. Ford und A. E. H. Houk. Trennung und Bestimmung von Reserpin, Deserpidin und Rescinnamin 223
Hayden, K. J., R. H. Elkington. Bestimmung von Thiamin mit 6-Aminothymol 297
Hazel, J. F., siehe Brake, L. D.
Hegnauer, R., und H. Flück. Bestimmung von Belladonna-Alkaloiden 222
Heikel, T., siehe Lähdevirta, J.
Heimer, M., siehe Oehlmann, F.
Heinerth, E. Zur Papierchromatographie der kondensierten Phosphate 37 [Or]
Hennart, C., und E. Merlin. Bestimmung von quarternären Ammoniumhalogeniden 379
Hennig, K., und P. Venter. Nachweis von Aminosäuren in frischem und gärendem Most 51
Herbert, D., siehe Green, D. E.
Herbolsheimer, R., siehe Rumler, F.
Herbots, J., siehe Schouteden, F.
Herold, P. G., siehe Frad, W. A.
Hetzel, H. F. Bestimmung von Aminosäuren im Milchserum 160
Heuermann, R. F., siehe Cannon, J. H.
Hietala, P. K., und A. I. Virtanen. Quantitative Bestimmung von 2(3)-Benzoxazolinon in Roggensamen 395
Higashino, T., siehe Musha, S.
Higgins, C. E., siehe Baldwin, W. H.
Hill, U. T. Bestimmung von Beryllium in Aluminium Eisen, Kupfer, Blei, Titan und deren Legierungen 303/304
Hillebrant, A., und J. Hoste. Bestimmung von Germanium mit Phenylfluoron 371
Hoban, N., siehe White jr., J. W.
Hoch, H., und R. C. Williams. Messung von Dialysegeschwindigkeiten zur Bestimmung von Molekulargewichtsdifferenzen und Verunreinigungen 442
Hochheiser, S., siehe Jacobs, M. B.
Hochmann, K., und I. Bayer. Hochfrequenztitrimetrische Bestimmung von Eisen(III)-ionen und ihre Anwendung zur Bestimmung von Oxytetracyclin 88 [Or]
Hodecker, J. H., siehe Southworth, B. C.
Hodgkins, C. R., siehe Hansen, J.
Hörhammer, L. H., J. Wagner, J. Izquierdo und H. Endres. Trennung von Gallussäureestern aus Pflanzenmaterial 397
Hoffman, A. J., siehe Ludwig, B. J.
Hoffmann, E. Quantitative Determination of Traces of Sulphides 168 [Or]
Hofmann, G., siehe Kohlschütter, H. W.
Holbrook, A. Colorimetrische Bestimmung von Chlorhexidin in pharmazeutischen Zubereitungen 219
Hollenbeck, G. M., siehe Bechtel, W. C.
Holzer, H. Bestimmung von Thiaminpyrophosphat 53
Hommes, F. A., und T. H. J. Huisman, Amperometrische Titration von Sulfhydrylgruppen in Humanhämoglobin mit Silbernitrat 237
Hopkins, R. L., siehe Mikkelsen, L.
Hopp, H. F., und R. Wertzler. Berechnung massenspektrometrischer Analysen 44
Hordis, Ch. K., und G. N. Kowkabany. Untersuchung der Fleckengröße in der Papierchromatographie 441
Horn, H.-G., siehe Ziegler, M.
Hoste, J., siehe van den Bossche, W., sowie Hillebrant, A.
Houk, A. E. H., siehe Hayden, A. L.
Howard, H. E., siehe Ferguson, W. C.
Hughes, R. H., siehe Saier, E. L.
Huisman, T. H. J. Neuere Entwicklungen der Ionenaustauscherchromatographie von Aminosäuren und Eiweiß 459. — Siehe auch Hommes, F. A.
Hunt, P. D., siehe Radell, J.

Ikeda, N., siehe Hamaguchi, H., sowie Kimura, K.
Ikeda, S., und H. Nagai. Colorimetrische Bestimmung von Kupfer in Zinn 304
Ikekawa, N., siehe Tsuda, K.
Imaeda, K., Bestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen 286
Inarida, M., siehe Kimura, K.
Inczédy, J., siehe Erdey, L.

Ingberman, A. K. Bestimmung von Phenolen durch Bromierung 384
Ingle, P. H. B., siehe Wilson, F. P.
Inoue, S., siehe Yamagishi, M.
Ionescu, M., und I. Goia. Bestimmung von Halogenen in organischen Substanzen 287
Irimescu, I., und E. Chirnoagă. Bestimmung von Halogenen in organischen Substanzen 287
Irvine jr., J. W., siehe Schindewolf, U.
Ishidate, M., Y. Yamane und T. Tamano. Mikronachweis von Titan 144
Ishikawa, M., siehe Umemoto, S.
Ivašova, N. P., siehe P. N. Fedoseev,
Izquierdo, J., siehe Hörhammer, L.

Jacimirskij, K. B., und V. I. Rigin. Bestimmung von Wolfram 372
Jacobs, M. B., und S. Hochheiser. Ultramikrobestimmung von Stickstoffdioxyd in der Luft 299
Jacobson, K. B., und L. Astrachan. Allgemeines Verfahren zur Mikrobestimmung von Di- und Triphosphorpyridinnucleotiden sowie ihrer reduzierten Formen 240
Jakimec, E. M., siehe Stjunkel, T. B.
Jakovac, Z., und M. Lederer. Bildung von Protaktinat(V)-ionen 141
Janák, J., M. Krejčí und H. E. Dubský. Eignung von Zeolithen als Adsorptionsmittel in der Gaschromatographie 121
Jančík, F., B. Kakáč und V. Vaníček. M. Vrublovská. Bestimmung von N-Nitrose-N-methylharnstoff 447
Janecke, H., siehe Diemair, W.
Javorskij, N. P. Farbreaktion von Phenolen mit Xanthydrol 387
Jayle, M. F. Bestimmung von Haptoglobin im Serum 462. — Siehe auch Crépy, O., sowie Weinmann, S. H.
Jęczalik, A. Bestimmung des Wasser- und Carbonatgehaltes in Phosphoriten 316
Jevko, A. V. Schnellbestimmung von Magnesium in der Ligatur Mg + FeSi 58
Joffe, V. P., siehe Zaičikova, L. B.
Johannesson, J. K. Bestimmung von Monobromamin und Monochloramin in Wasser 302
Johnson, J. F., siehe Spencer, Ch. F.
Johnston, R. W. B., siehe Martin jr., J. M.
Jones, S. W., siehe Wilkie, J. B.
Jones, W. F., siehe Bark, L. S.
Jouan, P., siehe Cormier, M.
Jovtscheff, A., siehe Rankoff, G.
Jungkunz, R., siehe Hadorn, H., sowie Pritzker, J.

Kaczmarek, F., und E. Steinegger. Papierchromatographische Trennung der Lobelia-Alkaloide 454
Kainz, G. Individuelle Verbrennung organischer Verbindungen mit einer Automatik 427 [Or]. — Teilweise Automatisierung der Acetylbestimmung: Automatische Steuerung der Essigsäuredestillation 32 [Or]
Kakáč, B., siehe Jančík, F.
Kakuškina, Je, A.., und V. G. Orlova Bestimmung von Oestradiol, Oestron und Oestriol im Harn 235
Kaliteevskij, N. I., siehe Bufatin, O. I.
Kammerer, O., siehe Saifer, A.
Kamp, W., und J. W. Kampman. Abtrennung von Phenylcinchonylsäure aus einem Gemisch mit Acetylsalicylsäure, Natriumhydrogencarbonat, Coffein, Hexamethylentetramin und Milchzucker 448
Kampman, J. W., siehe Kamp, W.
Kaplan, N. O., siehe Novelli, G. D.
Kapoor, R. C. Estimation of Cysteine and Cystine at Mercury Pool Electrode 1 [Or]
Kapphahn, J. I., siehe Lowry, O. H.
Karr jr., C., siehe Chang, T. L.
Kartha, A. R. S., siehe Sethi, A. S.
Kaškovskaja. Je. A., siehe Mustafin, I. S.
Kaufmann, H. P., J. G. Thieme und F. Volbert. Untersuchung von Schweineschmalz 290
Kaunitz, H., und J. J. Beaver. Bestimmung von Tocopherol 212
Kawamura, F., und H. Namiki. Photometrische Bestimmung von Phosphat nach der Molybdänblaumethode 148
Kawashima, T., siehe Hamaguchi, H.
Kaziro, Y. Bestimmung von Thiaminpyrophosphat mittels Apocarboxylase und Alkoholdehydrogenase 53
Kedvessy, Gy., siehe Rácz, I.
Keil, B. Photometrische Auswertung von Chromatogrammen 459
Keil, Th., siehe Ehrlich, P.
Keler, M., siehe Pučar, Z.
Kelley, M. T., und D. J. Fisher. Versuche zur Verbesserung der Auflösung und Registrierung derivativer Polarogramme 44

KERTES, A. S., und J. M. E. GOLDSCHMIDT. Säure-Base-Tritrationen in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 441
KEULEMANS, A. I. M., und G. W. A. RIJNDERS. Überblick über die Grundlagen, apparativen Aufbau und die Anwendungsmöglichkeiten der Gaschromatographie 440
KICHLING, H. Bestimmung von Fibrinogen 232
KICK, H., und H. ARENT. Bestimmung von Germanium in Pflanzensubstanz 215
KIELHÖFER, E., und H. AUMANN. Aldehydbestimmung in Wein über die Bisulfitverbindung 52
KIMURA, K., N. IKEDA und M. INARIDA. Trennung von Tellurit und Tellurat durch Ionenaustausch 151
KING, H. K., siehe BURNESS, A. T. H.
KING, N. Anwendung mikroskopischer Methoden bei der Untersuchung von Milchpulver 53
KINGSLEY. G. R. Bestimmung von Fibrinogen 232
KINSER, C. A., siehe POWELL, R. A.
KITAGAWA, H., und N. SHIBATA. Bestimmung kleiner Mengen Schwefel in Metallen, Legierungen und Erzen 313
KLEINSCHMIDT, W. J., und J. A. MANTHEY. Bestimmung von Nucleinsäuren im Gesamtgewebe 238
KLEMENT, R., und K. O. KNOLLMÜLLER. Beiträge zur analytischen Chemie der Fluorophosphate 193 [Or]
KLINE, O. L., siehe WILKIE, J. B.
KLINGENBERG, J. J., und R. A. PAPUCCI. Zirkoniumbestimmung in Stahl 306. — Siehe auch PAPUCCI, R. A.
KLJAČKO, V. A. Trennung verschiedener Ionen aus einem Gemisch 129
KLOTZ, A. P., und M. R. DUVALL. Bestimmung von Pepsin im Magensaft mit mit radioaktivem Jod markiertem Albumin 228
KLUGE, K., siehe GRUBITSCH, H.
KLUNGSØYR, P., K. F. STOA und S. SØRENSEN. Bestimmung der Hämoglobinsäurestoffsättigung 237
KNOLLMÜLLER, K. O., siehe KLEMENT, R.
KNOOP, A.-M., siehe KNOOP, E.
KNOOP, E., A. WORTMANN und A.-M. KNOOP. Elektronenmikroskopischer Nachweis der Fettkügelchenhüllen in der Milch 52
KOCH, J., und G. BRETTHAUER. Abtrennung von Olginaten 292. — Untersuchung der Eiweißstoffe von Wein 158
KOCH, J., und H. SCHWAHN. Nachweis entschwefelter Traubensäfte 158
KOCH, O. G. Bestimmung von Spuren von Metallen in Zirkonium und seinen Verbindungen 306. — Bestimmung von Spuren anderer Metalle in Reinstselen 309
KODICEK, E., siehe CARPENTER, K. J.
KÖHLI, E., siehe SIGNER, R.
KÖIW, E., und A. GRÖNWALL. Reaktion auf Kohlenhydrate 230
KOENIG, G. Kennzeichnung von festen Paraffinen 393
KÖNIG, K.-H., und H. BERG. Der Nachweis von sek. β-Oxyäthylaminen durch Fluorescenz, Polarographie, Papierchromatographie und Thermochromie 92 [Or]
KÖRBL, J., siehe BUBEN, F.
KOGAN, I. B. Polarographische Bestimmung von Ozon und Chlor in Luft von Industriebetrieben 55
KOHLSCHÜTTER, H. W., H. GETROST, G. HOFMANN und H. H. STAMM. Zur Anwendung von Trennsäulen in der analytischen Chemie 262 [Or]
KOIW, E., siehe NOWACZYNSKI, W. J.
KOJIMA, M. Trennung von Übergangsmetallen durch Anionenaustausch 128
KOLBEZEN, M. J., siehe GUNTHER, F. A.
KOLDINSKÝ, O., siehe SUK, V.
KONDO, A. Mikrobestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 287
KORKISCH, J., und A. FARAG. Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums. II. Anreicherung des Zirkoniums als negativ geladener Sulfatkomplex am stark basischen Anionenaustauscher Amberlite IRA-400 und seine Trennung von Thorium, Titan, Eisen, Aluminium und vielen anderen Elementen 81 [Or]. — Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums. III. Eine neue Methode zur Anreicherung des Zirkoniums auf stark basischen Anionenaustauschern und deren Anwendung zur Bestimmung des Zirkoniums in Silicatgesteinen 170 [Or]. — Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums. IV. Über die Adsorption des Zirkoniumascorbinatkomplexes an stark basischen Anionenaustauschern 181 [Or]
KORNER, A., siehe DEBRO, J. R.
KORŽ, P. D., und A. P. ERŠOVA. Thermoelektrische Bestimmung von Kohlenstoff im Stahl 311
KOŠKIN, D. I., siehe ZARINSKIJ, V. A.

Kostjanovskaja, N. M., und M. V. Babaev. Bestimmung von Kupfer, Wismut, Zinn, Antimon, Arsen und Blei im Ferrowolfram 65
Kottász, J. Bestimmung der Trockensubstanz von Speiseeis 292
Kowkabany, G. N., siehe Hordis, Ch. K.
Kozlova, N. P., siehe Fichtengolc, V. S.
Kráčmar, J., und L. Šafařík. Titration von Säuren und Basen in nichtwäßrigem Medium 126
Kráčmar, J., und J. Zýka. Nitranilsäure als volumetrisches Reagens zur Bestimmung von organischen Basen 129
Krainer, H., siehe Zitter, H.
Kraus, K. A., und G. E. Moore. Technik der Trennung durch Ionenaustauschchromatographie 155
Krejčí, M., siehe Janák, J.
Krejmer, S. E., und L. P. Butylkin. Bestimmung kleiner Kupfergehalte in metallischem Nickel oder Kobalt 313
Kress, K. E. Bestimmung von Zink in Gummierzeugnissen 70. — Bestimmung von Polyisobutylen in Gummierzeugnissen 71
Krieger, G., siehe Diemair, W.
Krieger, L. Bestimmung kleiner Mengen von Ammoniak in Wasser 302
Krishnamurti, K., und B. V. Dhareshwar. Arbeitsweise der Papierchromatographie 440
Krishnamurti, K., und P. Venkataratnam. Arbeitsweise der Papierchromatographie 441
Krotkov, G., siehe Runeckles, V. C.
Krouskop, N. C., siehe Mair, B. J.
Krugers Dagneaux, E. L., siehe Raymond, P.
Krupkin, A. I., und L. A. Žečkova. Photometrische Bestimmung von Zink 365
Krutsch, J. Messung des Alkoholgehaltes extrakthaltiger Flüssigkeiten 444
Kucenko, Ju. I. Bestimmung von Blei, Zinn, Cadmium und Wismut in metallischem Rhenium 65
Kučera, Z., siehe Čůta, F.
Kuether, C. A., siehe Roe, J. H.
Kum-Tatt, L., und C. G. Farmilo. Trennung von Papaverin und Narcotin 455
Kunkel, H. G., und A. Tiselius. Reaktion auf Proteine 230
Kunst, E. D., siehe Boog, W.
Kunze, C. T., und A. R. Willey. Bestimmung von Zinn in Weißblech 62
Kurandt, H. F., siehe Asmus, E.
Kuraš, M., und J. Bartoň. m-Nitrobenzamidoxim als Reagens 130
Kurčatov, M. S. Bestimmung von Schwefel in verschiedenen Materialien 207
Kurkela, A. Bestimmung der Herzglykoside und der organischen Nitrate in pharmazeutischen Präparaten 451
Kurtenacker, A., und R. Wollak. Bestimmung von Thiosulfat 209
Kuykendall, J. R., siehe Maier, R. H,
Kuz'mina, L. A. Bestimmung von Uran, Thorium und Ionium im Meerschlamm 204
Kuznecova, T. P., siehe Sekt, K. I.
Kwauk Sheau-Wei. Beryllon II als Indicator für komplexometrische Titrationen 442

van Laar, B., siehe den Boef, G.
Lähdevirta, J., A. Raina und T. Heikel. Bestimmung von Putrescin, Cadaverin, Spermin und Spermidin 73
Lafon, M., siehe Genevois, L.
Lagoni, H., siehe Merten, D.
Lahiri, A. G. Nachweis löslicher Hydrogencarbonate 143
Lai, M.-G., siehe Skoog, D. A.
Lakin, H. W., siehe Stevens, R. E.
Lampe, K. F. Nachweis nicht zugelassener Narcotica mit Hilfe der Tüpfelanalyse 226
Lamson, D. W., siehe Reilly, Ch. N.
Landowne, R. A., siehe Lipsky, S. R.
Lapidus, M., und E. F. Mellon. Calciumbestimmung in Fleisch und Knochenmehl 53
Lapin, N. N., und A. T. Sljusarev. Bestimmung von m-Nitrobenzoesäure in Elektrolyten der Zinnregenerierung 209
Lapp, H., und H. Reimers. Bestimmung von Methanol in Branntwein 289
Laskowski, D. E., D. G. Grabar und W. C. McCrone. 2,4,7-Trinitrofluorenon als Reagens 45
Laskowski, D. E., und W. C. McCrone. 2,4,7-Trinitrofluorenon als Reagens zur Mikroschmelzpunktsanalyse 45
Lassner, E., siehe Püschel, R.
Latinák, J. Identifizierung von Sulfonsäuren 387

Latinák, J., und L. Skalický. Untersuchung von 2-Amino-8-naphthol-6-sulfonsäure und 2-Amino-5-naphthol-7-sulfonsäure 386
Laturaze, J., siehe Osteux, R.
Laurell, C. B., und M. Nyman. Bestimmung von Haptoglobin im Serum 462
Lavallee, A., siehe Mannell, W. A.
Lazar, V. A., und K. C. Beeson. Bestimmung von Kupfer und Molybdän in Pflanzen 395
Lazarev, A. I., und V. I. Lazareva. Colorimetrische Bestimmung von Titan in legierten Stählen 67
Lazareva, V. I., siehe Lazarev, A. I.
Lebedeva, N. V., siehe Nazarenko, V. A.
Leboutte, G., siehe Deltombe, J.
Lederer, M., siehe Jakovac, Z.
Lee, J. K., und S. W. Weller. Bestimmung des Wassergehaltes oxydischer Katalysatoren 318
Legrand, P. Ph. Bestimmung von Naphtholgelb und anderen gelben Farbstoffen in Senf 54
Leipert, Th. Bestimmung von Jod 287
Levey, V. M., siehe Cheronis, N. D.
Lewis, C., siehe Lowry, O. H.
Lewis, C. D., siehe Bennett, C. E.
Liang, Shu-Chuan, und Shun-Jung Wang. Gravimetrische Bestimmung von Molybdän und Wolfram 372
Liang, Shu-Chuan, und Yung-Chao Chen. Reaktion von Fluorid mit Eisen(III)-brenzkatechinkomplexen 373
Liberman, M. V. Komplexometrische Bestimmung von Magnesium in Gegenwart von Aluminium in Mischungen 58
Lifsitz, J. R., siehe Parsons, J. L.
Lilova, O. M., siehe Preobraženskij, B. K.
Limmer, G. Spektrochemische Bestimmung von Silicium in Sphärogüssen 312
Lingane, J. J., und R. L. Pecsok. Herstellung von Chrom(II)-sulfatlösung 311
Lipmann, F., siehe Novelli, G. D.
Lipsky, S. R., und R. A. Landowne. Trennung von Fettsäureestern durch Gas-Flüssigchromatographie 382
Liška, O., siehe Dušinský, G.
Livingston, E. M., siehe Salomon, R. E.
Loeschke, H. H., siehe Gertz, K. H.
Loomeijer, F. J., und G. M. Luinge. Papierchromatographische Trennung schwach polarer Steroide 76
Lowry, O. H., N. R. Roberts, J. I, Kapphahn und C. Lewis. Bestimmung von Nucleotiden 240
Loy, R. G., W. H. McShan und L. E. Casida. Reinigung und Bestimmung von Progesteron in Geldkörpergewebe 75
Ludwig, B. J., und A. J. Hoffman. Colorimetrische Bestimmung von Meprobamat in biologischen Flüssigkeiten 218
Lueck, C. H., und D. F. Boltz. Bestimmung von Phosphorspuren 371
Luinge, G. M., siehe Loomeijer, F. J.
Lukanin, A. V., und I. I. Palatnik. Schnellbestimmung von Calciumoxyd in Zuschlagstoffen 68
Lukevic, E. Ja., siehe Vanag, G. Ja.
Lukin, A. M., und G. B. Zavarichina. Bestimmung von Gallium 368
Lumpkin, H. E. Analyse hochmolekularer ungesättigter Verbindungen 211. — Analyse von Kohlenhydrierungsprodukten 392
Lutčenko, N. N., siehe Zaičikova, L. B.
Lux, R., siehe Rink, M.
Lysyj, I., und J. E. Zarembo. Schnellbestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 49

Ma, T. S. Mikroanalyse von organischen Fluorverbindungen 50
McAdams, D. R. Auswertung von massenspektrometrischen Matrizen 44
McBryde, W. A. E., siehe Beamish, F. E.
McCarthy jr., J. H., und R. E. Stevens. Bestimmung von Spuren bei Tüpfelreaktionen mit abgegrenzter Fleckengröße 125
McGreery, G. L. Präparierung zu Röntgenaufnahmen 318
Mccrone, W. C., siehe Laskowski, D. E.
McCurdy jr., W. H., und J. Galt. Titration schwacher Basen mit Perchlorsäure in wasserfreiem Medium 126
McFarren, E. F. Trennung von Aminosäuren 159
Macheboeuf, M., siehe Munier, R.
McKinney, L. L., siehe Weakley, F. B.
McNabb, W. M., siehe Brake, L. D.
McOmie, J. F. W., siehe Pollard, F. H.

McShan, W. H., siehe Loy, R. G.
Magalhães, M. T., siehe Gottlieb, O. R.
Magee, R. J., siehe Dawson, J.
Mahon, J. H., siehe Bartlet, J. G.
Mahoney, M. J., siehe Washburn, W. H.
Maier, R. H., und J. R. Kuykendall. Photometrische Bestimmung von Kupfer und Zink mit Zincon 134
Mair, B. J., P. E. Eberly jr. und N. C. Krouskop. Untersuchung von Benzinfraktionen 392. — Siehe auch Glasgow jr., A. R. sowie Rossini, F. D.
Maiss, N., siehe Auterhoff, H.
Majumdar, A. K., und J. B. R. Chowdhury. Trennung von Niob und Tantal durch Fällung mit Kupferron 149
Majumdar, A. K., und A. K. Mukherjee. Trennung von Niob und Tantal durch Fällung mit N-Benzoyl-N-phenylhydroxylamin 150
Malát, M., siehe Suk, V.
Malmstadt, H. V., und E. R. Fett. Differential-potentiometrischer Titrierautomat 154
Maltagliati, M., siehe Bergamini, C.
Mann, C. K., und J. C. White. Bestimmung von Chrom in konzentrierten Alkalisalzlösungen 319
Mannell, W. A., A. Lavallee, R. A. Carioto und M. G. Allmark. Digitoxinbestimmung in Tabletten 221
Manning, D. L., siehe Goldstein, G.
Manoušek, O., siehe Davídek, J.
Manthey, J. A., siehe Kleinschmidt, W. J.
Marčenko, P. V., siehe Babko, A. K.
Mariani, A., und C. Vicari. Chromatographische Trennung von α-, β-, γ- und δ-Tocopherol 54. — Siehe auch Calò, A.
Mariani-Marelli, O., siehe Calò, A.
Markovič, O., siehe Rexová-Benková, L.
Maros, L., siehe Schulek, E.
Marple, T. L., G. Matsuyama und L. W. Burdett. Schnellbestimmung von Zink, Quecksilber(II) oder Kupfer in Schmierölen 393
Martin, F., J. Courteix und S. Vertalier. Bestimmung des Benzolgehaltes von Toluol 212
Martin jr., J. M., R. W. B. Johnston, H. J. Cannon und M. J. O'Neal. Bestimmung der Phasen in Wachsen 394
Mason, G. L., und Z. de Beer. Spektrochemische Bestimmung von Kupfer, Kobalt und Eisen in Kupfer- und Kobaltkonzentraten 317
Matrka, M., und V. Hanousek. Bestimmung von Malachitgrün und Brillantgrün 388. — Siehe auch Gasparič, J.
Matsumae, T., siehe Shibata, S.
Matsuo, H., siehe Shinagawa, M.
Matsuo, S., siehe Oka, Y.
Matsuyama, G., siehe Marple, T. L.
Meditsch, J. O., siehe Ohlweiler, O. A.
Meek, H. O. Bestimmung von organischen Nitraten 451
Melandri, M., siehe Gerosa, V.
Mellon, E. F., siehe Lapidus, M.
Mellon, M. G., siehe Boltz, D. F.
Menczel, Gy. Röntgendiffraktionsanalyse von Böhmit-Hydrargillitgemischen 317
Menis, O., siehe Goldstein, G.
Merlin, E., siehe Hennart, C.
Merten, D., und H. Lagoni. Kupferchlorid-Kristallisation in der Milchforschung 160
Merz, E. Über die Fällungsbedingungen von Spurenmengen Plutonium mit Mandelsäure als Fällungsreagens 417 [Or]
Meslin, F., siehe Crépy, O.
van Meurs, N. Konduktometrische Titrationen von Säuren und Basen in nichtwäßriger Lösung 126
van Meurs, N., und E. A. M. F. Dahmen. Konduktometrische Titrationen in wasserfreier Lösung 127
Middlebrook, G., siehe Coleman, C. M.
Mihălcescu, M. Bestimmung von Calcium und Magnesium 136
Mihm, C. H., L. W. Pollock und R. O. Shelton. Vollautomatische Anlage zur Durchführung massenspektrometrischer Analysen 123
Mikeš, O. Elektrophorese von Eiweißstoffen 459
Mikhail, S. Z., siehe Farah, M. Y.
Mikkelsen, L., R. L. Hopkins und D. Y. Yee. Bestimmung von Olefinen in Benzinen 211
Mikl, O., und J. Pech. Schnellbestimmung von Schwefel 49
Milchwirtschaftliche Einheitsmethoden. Bestimmung von Wasser in Butter 290
Miller, R. R., siehe Williams, D. D.
Milner, G. W. C., und J. W. Edwards. Analyse von Wismutlegierungen 307

Minczweski, J. Bestimmung von Spuren an Verunreinigungen in Reaktormaterialien 304
Minola, G. C., und B. Rocchi. Komplexometrische Bestimmung von Wismut und Magnesium sowie von Wismut und Zink in pharmazeutischen Präparaten 444
Miocque, M., und J. A. Gautier. Bestimmung des Acetylenwasserstoffs in organischer Lösung 377. — Siehe auch Charonnat, R.
Mirna, A., siehe Grau, R.
Miserez, A. Nachweis und Bestimmung von Strontium-90 in der Milch 293. — Bestimmung des ^{90}Sr-Gehaltes in Milch und Milchpräparaten 160
Modreanu, F. Papierchromatographische Strontium- und Bariumbestimmung 365
Modylevskaja, K. D., siehe Obolončik, W. A.
Montes, A. L., siehe Frydman, B. J.
Moore, F. L. Trennung von Uran(VI) und Plutonium(VI) 142
Moore, G. E., siehe Kraus, K. A.
Moračevskij, Ju. V., und Z. S. Bašun. Trennung von Zink und Kobalt 136
Moračevskij, Ju. V., und I. A. Cerkovnickaja. Amperometrische Titration von 4wertigem Uran mit Ammoniumvanadat 368
Moračevskij, Ju. V., und M. N. Gordejeva. Trennung des Molybdäns von Eisen, Aluminium und Calcium 153
Morgan, K. J. Spektralphotometrische Bestimmung von Essigsäureanhydrid 382
Morton, R. A., siehe Pitt, G. A. J.
Mosettig, E., siehe Sen Gupta, I.
Moskal, S., siehe Górski, M.
Motojima, K., und H. Hashitani. Bestimmung kleiner Eisengehalte in Chrom, Mangan oder Nickel 310
Mukerjee, P. Bestimmung kleiner Mengen langkettiger Fettsäure 382
Mukherjee, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Mukherji, A. K., und A. K. Dey. Colorimetrische Mikrobestimmung von Kupfer 132. — Colorimetrische Uranbestimmung mit Chromotropsäure 141
Munier, R., M. Macheboeuf und N. Cherrier. Chromatographische Technik 457
Murata, T., siehe Shinagawa, M.
Murray, E. C., siehe Radell, J.
Murray, K. L. H., siehe Harvey, C. O.
Murty, G. V. L. N. Bestimmung von Silicium in Gußeisen 67
Musha, S., und T. Higashino. Bestimmung von Natriumsilicofluorid in Verchromungsbädern 210
Mustafin, I. S., und Je. A. Kaškovskaja. Bestimmung von Vanadium im Stahl 67
Mutavčijev, D., siehe Gačev, E.
Muxart, R. Abtrennung von Benz-5,6-anthracen-^{14}C 384

Nadeau, G., und G. Sobolewski. Bestimmung von kleinsten Mengen Morphin 455
Nagai, H., siehe Ikeda, S.
Namiki, H., siehe Kawamura, F.
Naumann, G. Bestimmung von Monosacchariden, Aminosäuren, Alkaloiden und Arzneimitteln durch Ionenaustauscher 216. — Verwendung von Ionenaustauschern in Pharmazie und Medizin 216; — in der Harnanalyse 217
Nazarenko, V. A., G. V. Fljantikova und N. V. Lebedeva. Bestimmung von Arsen in reinen Metallen 63
Nazarenko, V. A., N. V. Lebedeva und R. V. Ravickaja. Bestimmung von Germanium in Erzen, Kohlen und Industrieabfällen 205
Nazarenko, V. A., und M. B. Šustova. Bestimmung von Tantalspuren in Zirkonium und Niob 202
Nazarenko, V. A., und S. Ja. Vinkoveckaja. Fluorimetrische Galliumbestimmung 369
Nazarova, G. Je., siehe Cincevič, Je. P.
Neerman, J. C., siehe Parsons, J. L.
Neher, R. Chromatographie von Sterinen, Steroiden und verwandten Verbindungen 75
Neher, R., und A. Wettstein. Trennung schwach polarer Steroide 76
Nelsen, F. M., siehe Eggertsen, F. T.
Nelson, N. Bestimmung von Glucose 461
Nielsch, W. Nachweis und Bestimmung von Pyridin und seinen Derivaten 386
Nielsen, H. M. Bestimmung kleiner Fluoridmengen in verdünnten wäßrigen Lösungen 153
Nietzel, O. A., B. W. Wessling und M. A. DeSesa. Spektralphotometrische Bestimmung von Thorium mit Thorin 367

van Nieuwenburg, C. J., und B. F. E. van Bevervoorde. Heterometrische Bestimmung von Sulfat 151
Nikitina, E. I. Bestimmung von Tantal in Titan und dessen Legierungen 62
Dal Nogare, S., und C. E. Bennett. Gaschromatographische Trennungen bei linear ansteigenden Säulentemperaturen 123
Dal Nogare, S., und L. W. Safranski. Hochtemperatur-Gaschromatograph 40. — Siehe auch Bennett, C. E.
Norwitz, G., siehe Codell, M.
Nouyrigat, F. Bestimmung von Vanadium in metallischem Vanadium, in Legierungen und in der Vanadinsäure 308
Novelli, G. D., N. O. Kaplan und F. Lipmann. Bestimmung von Coenzym A 463
Nowaczynski, W. J., und E. Koiw. Papierchromatographische Trennung polarer Corticosteroide 76
Nyman, M. Bestimmung von Haptoglobin im Serum 462. — Siehe auch Laurell, C. B.

Obolončik, W. A., und K. D. Modylevskaja. Analyse von metallkeramischen Legierungen, die Silber, Wolfram und Nickel enthalten 57
O'Brien, L., siehe Zlatkis, A.
Ochsner, F., siehe Steinegger, E.
Oehlmann, F., und M. Heimer. Trennung von Kalium und Natrium durch Ionenaustausch 364
Özbil, N., siehe Grubitsch, H.
Ohashi, S., Y. Takayama, S. Taki und H. Toya. Elementaranalyse von Stickstoff mit Jodat in starker Phosphorsäure 285
Ohlweiler, O. A., und J. Oliveira Meditsch. Bestimmung von Cyanidionen 370
Oka, Y., und S. Matsuo. Colorimetrische Bestimmung von Eisen und Tropolon 374
Okashita, H., siehe Shinagawa, M.
Oliveira Meditsch, J., siehe Ohlweiler, O. A.
Oliver, R. T., siehe Fritz, J. S.
Olson, E. C., und P. J. Elving. Bestimmung von Zirkonium 144
Oncley, J. L., K. W. Walton und D. G. Cornwell. Bestimmung von β-Lipoproteiden 232. — Siehe auch Antoniades, H. N.
O'Neal, M. J., siehe Martin, J. M.
Orlova, V. G., siehe Kakuškina, Je. A.
Osteux, R., J. Guillaume und J. Laturaze. Trennung flüchtiger aliphatischer Säuren durch Papierchromatographie 381
Ota, K. Bestimmung kleiner Mengen Aluminium in Zinn- und Bleilegierungen 60
Ott, D., H. Pelzer und W. Staib. Chromatographische Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von 17-Ketosteroiden 77
Ottaway, J. H. Bestimmung von Tyrosin 234
Owen, J. A., und C. Got. Elektrophoretische Trennung von Humanhämoglobinen 462

Palatnik, I. I., siehe Lukanin, A. V.
Pallauf, F. Untersuchung von Schweineschmalz 290
Palmer, J. G., siehe Crawford, A.
Papucci, R. A., D. M. Fleishman und J. J. Klingenberg. Zirkoniumbestimmung in Aluminiumlegierungen 306
Papucci, R. A., und J. J. Klingenberg. Bestimmung von Zirkonium in Titanlegierungen 305; — in Magnesiumlegierungen 306. — Siehe auch Klingenberg, J. J.
Parsons, J. L., J. C. Neerman, J. R. Lifsitz und F. R. Bryan. Bestimmung von Kohlendioxyd in Auspuffgasen 300
Pasovskaja, G. B. Konduktometrische Titration von Sulfat 151
Pearlman, W. H. Gegenstromverteilung zur Bestimmung von Progesteron 75
Pech, J., siehe Mikl, O.
Pecsok, R. L., siehe Lingane, J. J.
Peltonen, R. J., siehe Salo, T.
Pelzer, H., siehe Ott, D.
Pennell, R. B., siehe Antoniades, H. N.
Pererpelkin, K. E., und Ja. Z. Sorokin. Analyse technischer Gase, die aus H_2S, CS_2 und COS bestehen 201
Perold, G. W., und J. M. Snyman. Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff in schwer löslichen Verbindungen 283
Petek, M., siehe Pučar, Z.
Peters, E. D., siehe White, T. T.
Petránek, J., siehe Gasparič, J.
Petrova, N. V., siehe Zverev L. V.
Petty, J., siehe White jr., J. W.
Pietrzyk, D. J., siehe Fritz, J. S.
Pilipenko, A. T., siehe Žarovskij, F. G.

Pilz, W. Analytische Verwendung von Eisen(III)-Hydroxamaten. II. Mitteilung. Die Bestimmung von Estern gesättigter, ungesättigter, geradkettiger und verzweigter Fettsäuren von C_2 bis C_5 189 [Or]
Pirtea, Th. I., und E. Antonescu. Gewichtsanalytische Bestimmung von Kobalt 155
Pitt, G. A. J., F. D. Collins, R. A. Morton und P. Stok. Reaktion von Aldehyden mit Methylamin 399
Ploum, H. Bestimmung von Eisen in Reinzinn und Zinnschmelzen für die Verzinnung von Stahlblech 60
von Polheim, P., siehe Dietrich, H.
Pollard, F. H., J. F. W. McOmie und I. I. M. Elbeih. Papierchromatographischer Kationentrennungsgang 41
Pollock, L. W., siehe Mihm, C. H.
Popoff, A., siehe Rankoff, G.
Popova, N. M., und L. V. Zaslavskaja. Bestimmung des Eisencarbidgehaltes von Stählen 312
Popper, E., N. Ariton, L. Proinov und R. Crăciuneanu. Bestimmung von Quecksilber 137
Pouradier, J., siehe Clavier, A.
Powell, R. A., und C. A. Kinser. Bestimmung von Blei in Monazitsand 315
Preobraženskij, B. K., und O. M. Lilova. Reinigung der Milchsäure für chromatographische Zwecke 140
Přibil, R. Bestimmung von Magnesium 58
Price, R. E., siehe Bauer, S. T.
Pritzker, J., und R. Jungkunz. Bestimmung von Scillaglykosiden 451
Procenko, P. I. Schnellanalyse von Hochofenschlacke 70
Proinov, L., siehe Popper, E.
Pučar, Z. Elektrochromatographische Apparatur 229
Pučar, Z., M. Keler und M. Petek. Zweidimensionale Papierelektrochromatographie von Serumproteinen 229
Pučar, Z., und M. Petek. Elektrochromatographische Untersuchung von Serumeiweiß 229
Püschel, R., E. Lassner und P. L. Reiser. Über die Verwendung metallspezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen. IV. Schnellbestimmung von Sulfat durch Titration mit Bleimaßlösung 401 [Or]
Purcell, A. E. Trennung von Carotinoiden 388
Pust, H., siehe Greene, S. A.
Racker, E. Gewinnung von Alkoholdehydrogenase 54
Rácz, I., und Gy. Kedvessy. Untersuchung von Semen Strychni-Präparaten 224
Radell, J., P. D. Hunt, E. C. Murray und W. D. Burrows. Bestimmung von Silicium in organischen Siliciumverbindungen 285
Radet, E. Bestimmung von Phosphorsäure in Kreideböden 320
Radmacher, W., und W. Schmitz. Bestimmung der anorganischen Bestandteile in Brennstoffen und Brennstoffaschen 210
Rády, Gy., siehe Erdey, L.
Raina, A., siehe Lähdevirta, J.
Ramette, R. W. Extraktion von Antimonjodid mit Benzol 148
Ramírez-Muñoz, J., siehe Burriel-Martí, F.
Rankoff, G., A. Popoff und A. Jovtscheff. Bestimmung kleiner Mengen Methanol in Branntweinen 289
Rao, G. Gopala, V. Narayana Rao und G. Somidevamma. Cacotheline as a Specific Reagent for the Detection of Iron(II) 11 [Or]
Rao, V. Narayana, siehe Rao, G. Gopala
Ravickaja, R. V., siehe Nazarenko, V. A.
Raymond, P., und E. L. Krugers Dagneaux. Bestimmung von Coffein in Kaffee und Kaffeeextrakten 295
Raymond, S. Automatische Apparatur zur quantitativen Auftrennung von Gemischen mit Hilfe der Gegenstromverteilung 443
Rebelein, H. Unterscheidung naturreiner und gezuckerter Weine 158
Reed, J. F. Bestimmung kleiner Mengen Arsen in Selen 309
Refsum, H. E. Bestimmung der Hämoglobinsauerstoffsättigung in hämolysiertem Gesamtblut 237
Refsum, H. E., und S. L. Sveinsson. Bestimmung der Hämoglobinsauerstoffsättigung 237
Reilly, Ch. N., und R. W. Schmid. Grundlagen der potentiometrischen Endpunktsanzeige bei chelatometrischen Titrationen 42
Reilly, Ch. N., R. W. Schmid und D. W. Lamson. Anwendungsbeispiele für die potentiometrische Titrationen mit ÄDTA 43
Reimers, H., siehe Lapp, H.
Reimschüssel, H., siehe Voss, W.

Reineke, L. M. Papierchromatographische Technik 75
Reiser, P. L., siehe Püschel, R., sowie Sverak, J.
Reith, H., siehe Boetius, M.
Rennie, P. J. Bestimmung von Trokkensubstanz-, Wasser- und Luftvolumen in Bodenschollen natürlicher Struktur 320
Rentschler, H., und H. Tanner. Unterscheidung naturreiner und gezuckerter Weine 158
Repke, K. Reaktion auf Herzglykoside 221. — Bestimmung von Digitoxin in Geweben und Ausscheidungen 236
Rešetnikova, L. E., siehe Vjachirev, D. A.
Rexach-M. de Lizarduy, M. L., siehe Burriel-Martí, F.
Rexová-Benková, L., und O. Markovič. Trennung von basischen Aminosäuren durch zweimalige Papierelektrophorese 459
Řezáč, Z., und K. Straka. Über die Bestimmung von Schwefel in Pyritkonzentraten und über die Möglichkeit der Schwefelbestimmung in organischen und anorganischen flüchtigen Substanzen 161 [Or]
Riedel, O., und E. Uhlmann. Fraktometrische Analyse von Deuterium im Wasserstoffstrom 433 [Or]
Rigin, V. I., siehe Jacimirskij, K. B.
Rijnders, G. W. A., siehe Keulemans, A. I. M.
Riley, J. P., und P. Sinhaseni. Spektrophotometrische Kupferbestimmung mit 2,2′-Chinolyl 302
Rink, M., R. Lux und E. Franken. Bestimmung organischer Basen mit Perchlorsäure 389
Roberts, N. R., siehe Lowry, O. H.
Robinson, A. R., M. Robson, A. P. Harrison und W. W. Zuelzer. Darstellung von einzelnen Hämoglobinfaktoren 462
Robinson, R., und F. D. Stott. Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin in Plasma 234
Robinson, R. J., siehe Boyle jr., W. G.
Robson, M., siehe Robinson, A. R.
Rocchi, B., siehe Minola, G. C.
Rockenbauer, W., siehe Schroll, E.
Roe, J. H., J. H. Epstein und N. P. Goldstein. Bestimmung von Inulin neben größeren Mengen von Glucose 461
Roe, J. H., und C. A. Kuether. Bestimmung von Ascorbinsäure 236
Rosenhain, W. Differentialthermoanalysegerät 46
Rosenthal, S. M., und H. Tabor. Colorimetrische Bestimmung von Histamin 389
Rossini, F. D., B. J. Mair und A. J. Streiff. Untersuchung von Benzinfraktionen 392. — Siehe auch Glasgow jr., A. R.
Rossmassler, W. R., siehe Cline, R. W.
Rowland, F. S., siehe Wolfgang, R.
Rumler, F., R. Herbolsheimer und G. Wolf. Beitrag zur komplexometrischen Sulfatbestimmung 23 [Or]
Runeckles, V. C., und G. Krotkov. Ionophoretisch-papierchromatographische Auftrennung komplizierter Gemische von Stoffwechselprodukten 459
Russell, G., und P. J. Hart. Bestimmung kleiner Mengen Kupfer in Gelatine 213

Šabanov, I. M., siehe Gorjajev, M. I.
Šachova, Z. F., und S. A. Gavrilova. Photometrische Bestimmung von Cer(IV) als Cer(IV)-molybdänsäure 366
Šafařík, L. Bestimmung von Nemural Hoechst 454. — Siehe auch Kráčmar, J.
Šafařík, L., und V. Špinková. Bestimmung von 3-Chlor-N(-propyl-3′-piperazinyl-4″-methyl)-phenthiazin 451. — Bestimmung von Cycloserin 458
Safranski, L. W., siehe Bennett, C. E., sowie Dal Nogare, S.
Saier, E. L., und R. H. Hughes. Gruppenanalyse für bestimmte oxydierte organische Verbindungen 376
Saifer, A., und S. Gerstenfeld. Mikrobestimmung von Glucose im Blut mit Hilfe von Glucoseoxydase 460
Saifer, A., und O. Kammerer. Bestimmung von Cholesterin 234
Saito, T., siehe Sugihara, K.
Sakamaki, I., und S. Yuki. Coulometrische Bestimmung von Sauerstoff 301
Sakanoue, M., Bestimmung von Uran 368
Sakuma, Y., siehe Tanaka, N.
Salaria, G. B. S. Metallionentrennungen mit Natriumsulfidlösung 128
Salo, T., R. J. Peltonen und B. Ståhlström. Potentiometrische Titration des Gesamtsäuregehaltes von Weinen und Likören 52

Salomon, R. E., und E. M. Livingstone. Mikrobestimmung von Eisen in Getreide 291
Salpeter, E. Selenbestimmung 314
Saltykova, V. S., und E. A. Fabrikova. Bestimmung kleiner Galliumgehalte in Bauxiten, Silicaten, Sphaleriten, Pyriten, Galleniten und anderen Mineralien 370
Sandell, E. B., siehe Schneider jr., W. A.
Sant, B. R. Maßanalytische Bestimmung von Hydrazin 146
Šapiro, M. M. Bestimmung von Carbid in verschiedenen Stählen 203
Sargeant, L. H., siehe Antoniades, H. N.
Sarkanen, K., siehe Gross, S. K.
Sato, Y., siehe Tsuda, K.
Sazonova, R. N., siehe Gorjajev, M. I.
Schindewolf, U. Analyse mit Hilfe von Neutronenreaktionen 124
Schindewolf, U., und J. W. Irvine jr. Abtrennung des Vanadiums und Scandiums von Titan bzw. des Arsens von Germanium und Gallium 149
Schmid, R. W., siehe Reilly, Ch. N.
Schmidt, G., und S. J. Thannhauser. Bestimmung von Nucleinsäuren 238. — Bestimmung der Phosphataseaktivität 463
Schmidt, M., und G. Talsky. Jodometrische und colorimetrische Bestimmung von Sulfanen, elementarem Schwefel und Sulfan-Schwefelgemischen 274 [Or]
Schmitz, W., siehe Radmacher, W.
Schneider jr., W. A., und E. B. Sandell. Bestimmung von Germanium 215
Schöber, G., und V. Gutmann. Bestimmung von Lithium, Rubidium und Caesium 132
Schöniger, W. Verbrennungsmethode für organische Verbindungen 283, 287. — Mikrobestimmung von Schwefel 49
Scholly, Ph. R., siehe Zlatkis, A.
Schormüller, J., und G. Würdig. Papierchromatographische Trennung kondensierter Phosphate in Zusätzen von Lebensmitteln 50
Schouteden, F., und J. Herbots. Titration von Ammoniak und Hydroxylamin in Gegenwart polymerer Hydroxamsäuren 145
Schrepfer, R., und H. Egle. Nachweis von Sorbitanmonofettsäureestern, Polyoxyäthylenfettsäureestern und Polyoxyäthylen-Sorbitan-monofettsäureestern in Backhilfsmitteln 291
Schroll, E., und W. Rockenbauer. Spektrochemische Bestimmung von Selen in Kieserzen 314
Schryver, R. Bestimmung von Methanol in Branntwein 289
Schuerch, C., siehe Gross, S. K.
Schütze, M. Sauerstoffbestimmung in organischen Verbindungen 286
Schulek, E. Bestimmung von Rhodanid 209
Schulek, E., und L. Maros. Bestimmung von Novalgin und Melubrin in Gegenwart von Antipyrin und Pyramidon 453
Schuler, V. C. O., siehe Bok, L. D. C.
Schwahn, H., siehe Koch, J.
Schwartz, K. Hahnlose Mikrobürette 154
Scott, R. P., und J. D. Cheshire. Trennung der Xylolisomeren 384
Sekiguchi, M., siehe Fukamauchi, H.
Sekt, K. I., und T. P. Kuznecova. Bestimmung von Vanadium in Ablagerungen an Heizflächen von Dampfkesseln und Schaufeln von Gasturbinen 69
TeSelle, L. D., siehe White, T. T.
Sen Gupta, I., und E. Mosettig. Identifizierung von β-Sitosterol in Chaksu-Öl 446
Senn jr., W. L., siehe Berg, E. W.
deSesa, M. A., siehe Nietzel, O. A.
Sethi, A. S., und A. R. S. Kartha. Bestimmung von kleinen Mengen freien Tocopherols in Ölsaaten 212
van Severen, R. Mikrobestimmung von Solanaceen-Alkaloiden und ihre papierchromatographische Trennung 457
Shanahan, C. E. A., siehe Cooke, F.
Sharkley jr., A. G., G. Wood und R. A. Friedel. Analyse von hochsiedenden Kohlenhydrierungsprodukten 392
Shearer, D. A., und R. B. Carson, Bestimmung von Öl und Rohfett in pflanzlichen Erzeugnissen 396
Sheau-Wei Kwauk, siehe Kwauk, Sheau-Wei
Shelton, R. O., siehe Mihm, C. H.
Shibata, N., siehe Kitagawa, H.
Shibata, S., und T. Matsumae. Colorimetrische Bestimmung von Uran mit Neothoron 141
Shideler, M. E., siehe Silverman, L.
Shinagawa, M., H. Matsuo und H. Okashita. Polarogramm von Tetraphenylstiboniumchlorid 44

Shinagawa, M., und T. Murata. Abtrennung von Barium und Radium durch induzierte Fällung an Bleisulfat 136
Shindo, H., siehe Tsuda, K.
Shrader S. A. siehe Bobalek, E. G.
Shu-Chuan, Liang, siehe Liang, Shu-Chuan
Shun-Jung Wang, siehe Liang, Shu-Chuan
Siblíková, O., und I. M. Hais. Farb- und Fluorescenzreaktionen von Steroiden auf Papier 74
Signer, R., und E. Köhli. Vielstufige Gegenstromextraktionsapparatur 46
Silverman, L., und M. E. Shideler Bestimmung Biphenyl in Polyphenylen 400
Simmons, R. E., siehe Cline, R. W.
Simonyi, I., und G. Tokár. Chlorwasserstoffverbindung des Aluminiumchloridisopropylats als Reagens in wasserfreien Medien 458. — Siehe auch Tokár, G.
Sinhaseni, P., siehe Riley, J. P.
Skalický, L., siehe Latinák, J.
Skeggs, H. R., und L. D. Wright. Bestimmung von Patothensäure 463
Skoog, D. A., M.-G. Lai und A. Furst. Bestimmung von Nickel 375
Skugorov, V. N. Analyse von Mehrstoffsystemen mit physikalischen und physikalisch-chemischen Methoden 131
Slater, T. F. Bestimmung von Ribonucleinsäure nach der Orcinmethode 222
Sljusarev, A. T., siehe Lapin, N. N.
Smith, F. H. Bestimmung von Gesamtgossypol in Baumwollsaatmehl und Baumwollsaatfruchtfleisch 396
Smith, M. E. Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Mengen Rhodium, Platin und Plutonium 59
Smithies, O. elektrophoretische Technik 462
Smolenski, S. J., F. A. Crane und R. F. Voigt. Chromatographisch-spektrophotometrische Bestimmung von Colchicin in Herbstzeitlosensamen 456
Snyman, J. M., siehe Perold, G. W.
Sobolewski, G., siehe Nadeau, G.
Sørensen, S., siehe Klungsøyr, P.
Sørensen, S. P. L. Bestimmung von Aminosäuren 227
Somidevamma, G., siehe Rao, G. Gopala
Sorokin, Ja. Z., siehe Perepelkin, K. E.
Southworth, B. C., J. H. Hodecker und K. D. Fleischer. Bestimmung von Quecksilber in organischen Verbindungen 283
Spencer, Ch. F., und J. F. Johnson. Dokumentation von Daten der Gaschromatographie 40
Spencer, E. H., siehe Addison, L. M.
Spialtini, A., siehe Cerri, O.
Spicer, G. S., und J. D. H. Strickland. Mikrobestimmung von Bor mit Curcumin 138. — Abtrennung kleinster Mengen von Bor und das Eindampfen des Destillates 139
Špinková, V., siehe Šafařík, L.
Spiteri, J. Papierchromatographische Trennung höherer gesättigter Fettsäuren 381
Sporek, K. F. Bestimmung von Fluor in Uran(IV)-fluorid und anderen Uranverbindungen 317
Ståhlström, B., siehe Salo, T.
Staib, W., siehe Ott, D.
Stamm, H. H., siehe Kohlschütter, H. W.
Stanley, W. L., siehe Vannier, S. H.
Staub, M., Untersuchung von Kunststoffen für die Lebensmittelindustrie auf Weichmacher 289
Stawitz, J., Bestimmung des Verätherungsgrades von Carboxymethylcellulose 397
Stein, H., siehe Cheronis, N. D.
Steinegger, E., und F. Ochsner. Papierchromatographische Trennung der Lobelia-Alkaloide 454. — Siehe auch Kaczmarek, F.
Stejskal, Z., siehe Blažek, J.
Stengel, E. Sauerstoffbestimmung im Stahl 311
Stenmark, G. A. Bestimmung des α-Glykolgehaltes von Epoxydharzen 72
Stevens, R. E., und H. W. Lakin. Bestimmung von Nickel und Kupfer 125. — Siehe auch McCarthy jr., J. H.
Stjunkel, T. B., und E. M. Jakimec. Verwendung von zwei Indicatoren für die komplexometrische Calcium- und Magnesiumtitration 365
Stoa, K. F., siehe Klungsøyr, P.
Stöver, D. J., siehe Vogelenzang, E. H.
Stok, P., siehe Pitt, G. A. J.
Storoženko, Z. I., siehe Baev, F. K.
Stott, F. D., siehe Robinson, R.
Straka, K., siehe Řezáč, Z.
Streiff, A. J., siehe Rossini, F. D.

Strickland, J. D. H., siehe Spicer, G. S.
Struck, H. Chromatographische Trennung von Oestrogenen 78
Stuffins, C. B. Wasserbestimmung in Glycerin, Margarine, Ölen und Fetten 290
von Sturm, F. Die Reproduzierbarkeit polarographischer Messungen 100 [Or]
Suárez-Acosta, R. Simultanbestimmung von Molybdän und Wolfram im Stahl 311
Subrahmanyan, V., siehe Green, D. E.
Sugihara, K., und T. Saito. Bestimmung von Kupfer und Zink in Natriumchlorid 316
Suk, V., O. Koldinský und M. Malát. Brenzcatechinviolett als Indicator zur Bestimmung von Wismut und Magnesium nebeneinander sowie von Wismut neben Quecksilber in pharmazeutischen Produkten 444
Sullivan, M. X., siehe De Witt, J. B.
Šunko, A. D. Nachweis von Nickel in Gegenwart von Kobalt, Kupfer und anderen Elementen 156
Šustowa, M. B., siehe Nazarenko, V. A.
Sutjagina, A. A. Bestimmung von Schwefeleinschlüssen in galvanischen Nickel- und Kupferüberzügen 313
Sveinsson, S. L., siehe Refsum, H. E.
Sverak, J., und P. L. Reiser. Bestimmung kleinster Mengen Schwefelkohlenstoff in Kohlendioxyd und inerten Gasen 301
Swahn, B. Reaktion auf Lipoide 230
Swain, T., siehe Critchley, J. P.
Swann, M. H., und G. G. Esposito. Prüfung von Lacken auf Stickstoff Silicium, Phosphor und Titan 72
Szabolcs, E., siehe Vastagh, G.
Szekeres, L., siehe Bakács-Polgár, E.
Szendey, G. L. Bestimmung von Reserpin in Theophyllin enthaltenden Tabletten 223

Tabau, R. L., und J. P. Vigne. Papierchromatographie N-substituierter Phenthiazine 450
Tabor, H., siehe Rosenthal, S. M.
Tait, P. C., siehe White, T. T.
Takayama, Y., und F. Tokiwa. Bestimmung von Aceton in monomerem Methylmethacrylat 399. — Siehe auch Ohashi, S.
Taki, S., siehe Ohashi, S.
Talsky, G., siehe Schmidt, M.
Tamano, T., siehe Ishidate, M.
Tanaka, N., und Y. Sakuma. Potentiometrische Titration von Cu, Pb und Cd 42
Tanner, H., siehe Rentschler, H.
Tardell, D. S.. Papierchromatographische Technik 384
Tarver, H., siehe Debro, J. R.
Tattje, D. H. E. Colorimetrische Bestimmung von Digitalisglykosiden 452
Taveira Magalhães, M., siehe Gottlieb, O. R.
Teicher, H., und L. Gordon. Trennung von Aluminium und Eisen(III) 155
Telep, G., und R. Ehrlich. Bestimmung von Phosphor in Polyäthylenterephthalat 400
Teller, J. D. Bestimmung von Glucose mit Hilfe von Glucoseoxydase 460
TeSelle, L. D., siehe T. T. White
Tewari, S. N., und D. N. Tripathi. Circular Paper Chromatographic Technique für the Separation of Mixtures of Sulpha-drugs 356 [Or]. — Toxicological Investigations of Microquantities of Alkaloids Ring by Paper Chromatography 357 [Or]
Thannhauser, S. J., siehe Schmidt, G.
Thieme, J. G., siehe Kaufmann, H. P.
Thieme, O. Spurenanalyse natürlicher und synthetischer Titanmineralien 315
Thorvik, A. Bestimmung von organischen Nitraten 451
Thouvenot, J., N. Flavian und R. Weber. Bestimmung von Histamin 389
Tickner, A. W. Bestimmung von Kohlenstoff in kleinen Mengen fester organischer Substanzen 284
Tillem, H. B., siehe Carroll, B.
Tiselius, A., siehe Kunkel, H. G.
Tišler, V. Bestimmung von Fettsäuren im Mutterkornöl 225
Titschack, G., siehe Eichhoff, H.J.
Tokár, G., Gy. Gál und I. Simonyi. Bestimmung von organisch gebundenem Halogen 288. — Siehe auch Simonyi, I.
Tokiwa, F., siehe Takayama, Y.
Tolstikov, G. A., siehe Gladyšev, V. P.
Tompsett, S. L. Identifizierung und Bestimmung von Phenolderivaten im Harn 233
Torres, J. F. Schnell und einfach anwendbare Cholesterinbestimmung im Serum 235
Toya, H., siehe Ohashi, S.
Treiber, H. Bestimmung des Gehaltes an Rohfett in Fischmehl 295

Tripathi, D. N., siehe Tewari, S. N.
Troparevsky, A., siehe Frydman, B. J.
Tschudi-Steiner, I. Fluorescenzmikroskopische Identifizierung von Sulfonamiden 220
Tsuchiya, M. Bestimmung von Stickstoff und Kohlenstoff in Ferrolegierungen 312
Tsuda, K., N. Ikekawa, H. Shindo und Y. Sato. Bestimmung von Pyridinbasen in Steinkohlenteeren 391
Tsukamoto, H., und M. Yoshimura. Bestimmung von Hypnotica auf Papierchromatogrammen 218
Tuckerman, M. M. Nachweis und Trennung basischer Aminosäuren aus Caseinhydrolysaten 227
Tuffly, B. L., siehe Ayres, G. H.
Tullis, J. L., siehe Antoniades, H. N.
Turkel'taub, N. M., und A. A. Žuchovickij. Theorie der Gaschromatographie 121
Tyas, R. H. Spektrographische Bestimmung von Verunreinigungen und Legierungsbestandteilen im Stahl 310

Uhlmann, E., siehe Riedel, O.
Ullmann, L., siehe Ullmann, T. D.
Ullmann, T. D., und L. Ullmann. Bestimmung von Inulin neben größeren Mengen von Glucose 461
Umemoto, S., M. Ishikawa und S. Watanabe. Bestimmung von Uran in Erzen 204
Umezaki, Y. Bestimmung von Zink in Eisenerzen neben Kobalt 209
Unger, E. H. Bestimmung von Olefinen mit Hilfe der Bromzahl 376
Uriel, J. Charakterisierung von Proteinen. Lipoproteinen und Glykoproteinen 228
Usatenko, Ju. I., und G. E. Beklešova. Amperometrische Titration von Zirkonium mit Kupferronlösung 144

Vachek, J., siehe Buděšínský, B.
Vanag, G. Ja., und E. Ja. Lukevic. Reaktion von m-Aminophenol und p-Aminosalicylsäure 219
Van Bevervoorde, B. F. E., siehe van Nieuwenburg, C. J.
Vancea, M., und M. Voluşniuc. Volumetrische Bestimmung von Phosphaten durch Fällung mit Bleiacetat 147; mit Wismutnitrat 148. — Gravimetrische Bestimmung von Phosphaten 148
Van den Bossche, W., siehe unter „B"
Vaníček, V., siehe Jančík, F.
Van Laar, B., siehe unter „L"
Van Meurs, N., siehe unter „M"
Vannier, S. H., und W. L. Stanley. Bestimmung von 7-Geranoxycumarin in Citronenöl 449
Van Nieuwenburg, C. J., siehe unter „N"
Vanossi, R. Bestimmung von Beryllium 135
Van Severen, R., siehe unter „S"
Vastagh, G., und E. Szabolcs. Argentometrische Bestimmung von N-Methyl-cyclohexenyl-methylbarbitursäure 448. — Siehe auch Zöllner, E.
Večeřa, M., und H. Gasparič. Papierchromatographie aliphatischer Amine 378. — Siehe auch Gasparič, J.
Venkataratnam, P., siehe Krishnamurti, K.
Venter, P., siehe Hennig, K.
Verma, M. R., siehe Bhuchar, V. M.
Vertalier, S., siehe Martin, F.
Vicari, C., siehe Mariani, A.
Vigne, J. P., siehe Tabau, R. L.
Vinkoveckaja, S. Ja., siehe Nazarenko, V. A.
Virtanen, A. I., siehe Hietala, P. K.
Vizern, J., und L. Guillot. Bestimmung von halbtrocknenden Ölen in Olivenöl 213
Vjachirev, D. A., und L. E. Rešetnikova. Analyse eines Gemisches von Chlorierungsprodukten des Methans 377
Vogelenzang, E. H., und D. J. Stöver. Bestimmung des Hydroxylgruppen-Gehaltes von Polyhydroxypropylenglykolen 447
Voigt, R., Bestimmung von Lumi-Mutterkornalkaloiden 456
Voigt, R. F., siehe Smolenski, S. J.
Volbert, F., siehe Kaufmann, H. P.
Volk, R. J., und R. L. Weintraub. Bestimmung von Silicium in Pflanzen 214
Voluşniuc, M., siehe Vancea, M.
Von Euler, U. S., siehe unter „E"
Von Polheim, P., siehe unter „P"
Von Sturm, F., siehe unter „S"
Voss, W., und H. Reimschüssel. Analyse von Celluloseacetobutyraten 398
Vrublovká, M., siehe Jančík, F.

Wagner, H., siehe Hörhammer, L.
Waitzman, M. B., und E. Q. Adams. Bestimmung von Bernsteinsäure 383
Walton, K. W., siehe Oncley, J. L.
Wang, Shun-Jung, siehe Liang, Shu-Chuan

Washburn, W. H., und M. J. Mahoney. Bestimmung von Verunreinigungen in Reinsubstanzen 125
Watanabe, S., siehe Umemoto, S.
Waterman, H. I. (J.), C. Boelhouwer und J. Cornelissen. Zusammenhänge zwischen physikalischen Konstanten und chemischer Struktur 442. — Siehe auch Cornelissen, J.
Waterman, J. A., siehe Cornelissen, J.
Weakley, F. B., und L. L. McKinney. Bestimmung von Ascorbinsäure in Sojabohnen 298
Weber, R., siehe Thouvenot, J.
Weber, Th., und K. Cruse. Untersuchungen an Metallegierungen und Salzgemischen mit Hochfrequenz 333 [Or]
Wehber, P. Chelatometrie. XVII. Über Pyridin-(2-azo-4)-resorcin (PAR), Thioharnstoff und Tris-(hydroxymethyl)-aminomethan 186 [Or]
Weichel, H. H., siehe Diemair, W.
Weinmann, S. H., O. Crépy, E. E. Baulieu, J. Guy und M. F. Jayle. Bestimmung von Dehydroepiandrosteron und Epiandrosteron 79
Weintraub, R. L., siehe Volk, R. J.
Weissbach, A. Bestimmung von Myo-Inosit 461
Weller, S. W., siehe Lee, J. K.
Wertzler, R., siehe Hopp, H. F.
Wessling, B. W., siehe Nietzel, O. A.
West, T. S., siehe Belcher, R.
Wettstein, A., siehe Neher, R.
White, J. C., siehe Mann, C. K.
White jr., J. W., C. R. Eddy, J. Petty und N. Hoban. Identifizierung von Disacchariden 383
White, T. T., V. A. Campanile, E. J. Agazzi, L. D. TeSelle, P. C. Tait, F. R. Brooks und E. D. Peters. Schnelle und präzise Kohlenstoff-Wasserstoffbestimmung 46
Whitehead, J. K. Elektrophoretische und chromatographische Trennung von Aminosäuren und ihren N-Acetylderivaten 227
Wilkie, J. B., S. W. Jones und O. L. Kline. Bestimmung von Vitamin D in pharmazeutischen Präparaten 452
Willey, A. R., siehe Kunze, C. T.
Williams, D. D., R. D. Barefoot und R. R. Miller. Differentialthermoanalysengerät 46
Williams, M., siehe Wood, D. F.
Williams, R. C., siehe Hoch, H.
Willingham, C. B., siehe Glasgow jr., A. R.
Wilson, C. W., siehe Gunther, F. A.
Wilson, F. P., P. H. B. Ingle und C. G. Butler. Bestimmung von Quecksilberoxycyanid 443
Wilson, K. W. Bestimmung von Aldehyden und Ketonen in Luft 300
Wilson, R. F., und L. J. Baye. Gravimetric Determination of Palladium with 2-(o-Hydroxyphenyl) Benzoxazole 359 [Or]
Winkler, H., siehe Ziegler, M.
With, T. K. Bestimmung freier Porphyrine in Urin 238
De Witt, J. B., und M. X. Sullivan. Bestimmung von Vitamin D 453
Wohlleben, G. Wasseraufnahme von aktivem Aluminiumoxyd 128
Wolf, G., siehe Rumler, F.
Wolff, R., siehe Dubost, S.
Wolfgang, R., und F. S. Rowland. Bestimmung der Radioaktivität von tritium- und ^{14}C-markierten Verbindungen 129
Wollak, R., siehe Kurtenacker, A.
Wood, D. F., und M. Williams. Bestimmung von Kohlenstoff in Titan und Zirkonium und ihren Legierungen 62
Wood, G., siehe Sharkley jr., A. G.
Wood, J. C. S. Bromzahlen von Propylen- und Butylenpolymeren mit niedrigem Molekulargewicht 72
Wood, J. H., siehe Crawford, A.
Wortmann, A., siehe Knoop, E.
Wright, L. D., siehe Skeggs, H. R.
Wroński, M. Organische Quecksilberverbindungen zur Bestimmung von Thioharnstoff und ähnlichen Verbindungen 130
Würdig, G., siehe Schormüller, J.
Wurz, E. Bestimmung des Verätherungsgrades von Carboxymethylcellulose 397
Wurziger, J. Untersuchung von Schweineschmalz 290

Yagoda, H., siehe Goldman, F. H.
Yamagishi, M., M. Yokoo und S. Inoue. Azotometrische Bestimmung von Antipyrin 221
Yamaguchi, M. Infrarot-Spektren von Furan-, Pyrrol- und Thiophenderivaten 389
Yamane, Y., siehe Ishidate, M.
Yee, D. Y., siehe Mikkelsen, L.
Yokoo, M., siehe Yamagishi, M.
Yonger, J., siehe Charonnat, R.
Yoshimura, M., siehe Tsukamoto, H.

Yuki, S., siehe Sakamaki, I.
Yung-Chao Chen, siehe Liang, Shu-Chuan

Zagrodzki, S., und H. Zaorska. Bestimmung von Salzspuren in Kesselspeisewasser 56
Zaičikova, L. B., N. N. Lutčenko und V. P. Joffe. Bestimmung von Blei in Bleikonzentraten 69
Zaidel, A. N., siehe Bufatin, O. I.
Zaikovskij, F. V., und L. I. Gerchardt. Bestimmung von Thorium mit Arsenazo in Gegenwart von Zirkonium, Titan und Seltenen Erden 366
Zaorska, H., siehe Zagrodzki, S.
Zarembo, J. E., siehe Lysyj, I.
Zarinskij, V. A., und D. I. Koškin. Hochfrequenztitrationsgerät mit Brückenschaltung 443
Žarovskij, F. G., und A. T. Pilipenko. Photometrische Bestimmung von Zirkonium 145
Zaslavskaja, L. V., siehe Popova, N. M.
Zavarichina, G. B., siehe Lukin, A. M.
Zavarov, G. V. Bestimmung von Sulfatbeimengungen in löslichen Phosphaten 207
Ždanov, A. K., siehe Chadejev, V. A.
Žečkova, L. A., siehe Krupkin, A. I.
Zepf, K. Nachweis von Spurenkomponenten des Actinomycin C-Komplexes 458
Ziegler, M., und H.-G. Horn. Die Trennung des Molybdäns von Vanadium durch Extraktion als Tributylammonium-molybdän-thioglykolat 362 [Or]
Ziegler, M., und H. Winkler. Nachweis des Cadmiums durch selektive Papierchromatographie 241 [Or]
Zitter, H., und H. Krainer. Bestimmung von Wasserstoff im Stahl 310
Zlatkis, A., L. O'Brien und Ph. R. Scholly. Trennung von m- und p-Xylol 384
Zöllner, E., und G. Vastagh. Bestimmung von Sulfathioharnstoff 220
Žuchovickij, A. A., siehe Turkel'taub, N. M.
Zuelzer, W. W., siehe Robinson, A. R.
Zverev, L. V., und N. V. Petrova. Bestimmung von sulfidischem Zinn in Erzen 206
Zýka, J., siehe Berka, A., sowie Kráčmar, J.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abführpillen, Untersuchung von phenolphthaleinhaltigen Abführpillen 449
Abietinsäure, Bestimmung 397
Abwasser, Bestimmungsverfahren verschiedener Stoffe in Industrieabwässern 56; Bestimmung von synthetischen Waschmitteln 57; siehe auch Wasser
Acetat, Störung bei der Papierchromatographie von Kationen 41; Störung der Uranbestimmung 141
Aceton, Bestimmung in Luft 300; Bestimmung in monomerem Methylmethacrylat 399
Acetylaceton zum Nachweis von Titan 144
Acetylbestimmung, Automatisierung 32
N-Acetylderivate von Aminosäuren, chromatographische Trennung 227
Acetylenderivate, Untersuchung auf Acetylenwasserstoff 377
Acetylene, Bestimmung von Brom in bromierten Acetylenen 288
Acetylenwasserstoff, Bestimmung in organischer Lösung 377
N-Acetyl-D-glucosaminyl-isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung 386
Acetylsalicylsäure, Nachweis 226; Bestimmung von Phenylcinchonylsäure neben Acetylsalicylsäure 448
Acidität, Einfluß auf die Adsorption von Zirkonium 182
Actinomycin C-Komplex, Bestimmung von Spurenkomponenten 458
Adanon, Nachweis 226
Adipinsäureester, gaschromatographische Trennung 40
Adipinsäurepolyester des Diäthylenglykols, Anwendung zur gaschromatographischen Trennung von Fettsäureestern 382
Adrenalin, Bestimmung in Plasma 234
ÄDTA-Titrationen, Anwendungen 186; Verwendung von Thioharnstoff als Indicator 186; von o,o'-Dihydroxyazoverbindungen 45; von Chrome Fast Black PV 45; von Fast Sulphon Black F 45; von Arsenazo 127; von PAR 186; von Tris-(hydroxymethyl)-aminomethan 186; von Beryllon II als Indicator 442
Aerobacter aerogenes, zur Bestimmung von Myo-Inosit 461
Äthanol, gaschromatographische Abtrennung 123
Äthanolamin, zur Untersuchung von Phosphor- und Schwefelsäureestern oder Halogeniden 377
Äther, Analyse 376
Ätherische Öle, chromatographische Trennung 445; Analyse phenolhaltiger ätherischer Öle 445; chromatographische Trennung industriell interessierender Öle 446; unbekannter argentinischer Öle 446
Ätheroxyde, Untersuchung auf Acetylenwasserstoff 377
Äthylamin, R_f-Wert 378, 379
Äthyl-p-anisat, Bestimmung 377
Äthylcarbaminat, Nachweis von Stickstoff 285
Äthylchloracetat, Bestimmung 377
Äthylendiamintetraessigsäure zur chromatographischen Trennung der Seltenen Erden 141
Äthylenglykol-dibuttersäureester, Bestimmung 190
Äthylenglykoldi-n-valeriansäureester, Bestimmung 191
Äthylenglykol-monoisovaleriansäureester, Bestimmung 192
Äthylenglykol-monopropionsäureester, Bestimmung 190
2-Äthyl-4-methylpyridin, Bestimmung in Steinkohlenteer 391
Äthyl-p-nitrobenzoat, Bestimmung 377
Äthylsilicate, Bestimmung der Kieselsäure als Silicomolybdänblau 215
Ahornhydrollignin, Bestimmung des Molekulargewichtes 215
Alanin, Bestimmung in Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Albumin, mit radioaktivem Jod markiertes Albumin zur Bestimmung von Pepsin im Magensaft 228
Albumine, Bestimmung im Serum 231
Aldehyde, Analyse 376; Bestimmung in Wein über die Bilsulfitverbindung 52; Einfluß von Aldehydgruppen auf die Chelatbildung von Pyridinderivaten 442

Aldehydgruppen, Unterscheidung von Ketogruppen in den Oxydationsprodukten von Polyenen 398
Aldosteron, Abtrennung 77
Aldoximgruppen, Einfluß auf die Chelatbildung von Pyridinderivaten 442
Alginate, Nachweismöglichkeiten 292
Alginsäure, Nachweismöglichkeiten 292
Aliphatische Amine, Papierchromatographie 378; Untersuchung auf Acetylenwasserstoff 377
Aliphatische Verbindungen, Bestimmung von Stickstoff in Verbindungen mit NO_2- und >N-N<-Gruppierung 286
Alizaringelb zur Bestimmung von Uran-(VI) 8
Alkalien, Abtrennung und Nachweis 135
Alkalimetalle, Trennung von Zirkonium 185
Alkalisalzlösungen, Bestimmung von Chrom 319
Alkaloide, Untersuchung mit Ringpapierchromatographie 357; Bestimmung in nichtwäßrigen Medien 126
Alkohol, Bestimmung in extrakthaltigen Flüssigkeiten 444
Alkoholdehydrogenase, zur Bestimmung von Thiaminpyrophosphat 53
Alkohole, Analyse einfacher, gesättigter aliphatischer Alkohole 376; Untersuchung auf Acetylenwasserstoff 377
N-Alkylierte Benzidine, Nachweis 387
Alkylphenole, Titration in nichtwäßrigem Medium 127
Allo-Cymarin, Raymond-Reaktion 221
Aloe, Untersuchung 449
Alphaprodin, Nachweis 226
Aluminium, potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 187; Abtrennung 271; Trennung von Zirkonium 81, 185; von Molybdän 153; von Eisen(III) 155, 374; Bestimmung in Zinn- und Bleilegierungen 60; in Hochofenschlacke 70; in Zement und in Ammoniumdiuranat-„cake" 155; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174; Bestimmung von Beryllium in Aluminium 303; von Gallium 369
Aluminiumchloridisopropylat, Anwendung der Chlorwasserstoffverbindung als Reagens für maßanalytische Bestimmungen in wasserfreien Medien 458
Aluminiumfluorid, Bestimmung von Fluor 317
Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Beryllium 303
Aluminium-Magnesium-Legierungen, Bestimmung von Magnesium 58
Aluminiumoxyd, Wasseraufnahme 128; Bestimmung von SiO_2 neben Al_2O_3 260
Aluminium zur Mikrobestimmung von Kupfer 132; als Reagens auf Vanadium 67
Ambodryl, Bestimmung 130
Ameisensäure, Farbreaktion 327
Amidopyrin, Bestimmung mit Aluminiumchloridisopropylat 458
Amine, Papierchromatographie aliphatischer Amine 378; Einfluß von Aminogruppen auf die Chelatbildung von Pyridinderivaten 442; Untersuchung aliphatischer Amine auf Acetylenwasserstoff 377
γ-Aminobuttersäure, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225
4-Amino-4-chlorodiphenyl als Fällungsreagens für Molybdän nnd Wolfram 372
Aminodibenzoylmethane zum Nachweis von Titan 144
D-4-Amino-3-isoxazolidinon, Bestimmung 458
2-Amino-5-naphtol-7-sulfonsäure, Untersuchung 386
2-Amino-8-naphthol-6-sulfonsäure, Untersuchung 386
8-Amino-2-naphtol-6-sulfonsäure, Bestimmung 387
m-Aminophenol, Nachweis 219
p-Aminophenol, Bestimmung im Harn 234
Aminosäuren, Auftrennung 459; Trennung durch Ionenaustauscher-chromatographie 459; chromatographische und elektrophoretische Trennung 227; Trennung basischer Aminosäuren durch zweimalige Papierelektrophorese 459; Nachweis in frischem und gärendem Most 51; Bestimmung in Milchserum 160; in Eiweißhydrolysat 216; Nachweis und Trennung aus Caseinhydrolysaten 227; Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225; in biologischen Flüssigkeiten, Extrakten und Hydrolysaten 227
p-Aminosalicylsäure, Nachweis 219
p-Aminosalicylsaures Natrium zur Bestimmung von Uran(VI) 8
6-Aminothymol, zur Bestimmung von Thiamin 297
Aminoverbindungen, Nachweis und Bestimmung 442; Nachweis aromatischer Aminoverbindungen mit Flavyliumperchlorat 45

Aminoxyde, Analyse 379
Ammoniak, R_f-Wert 379; Bestimmung 146; neben Hydroxylamin und Hydroxamsäuren 145; Absorption und Desorption an Citrusfrüchten und Verpackungsmaterial 298; Bestimmung kleiner Mengen in Wasser 302; Bestimmung in wäßrigen Suspensionen von Latex 443
Ammoniumdiuranat-„cake", Bestimmung von Aluminium 155
Ammoniumhalogenide, Bestimmung quaternärer Ammoniumhalogenide 379
Ammoniumionen, Bestimmung 414; Abtrennung bei der Papierchromatographie von Kationen 41
Ammoniumvanadat, Titration 127
Ammoniumverbindungen, Nachweis quartärer Ammoniumverbindungen in der Milch 294
Amphetamin, Nachweis 226
n-Amylamin, R_f-Wert 379
Amylocain, Bestimmung 218
Analyse, Anwendung von Trennsäuren, 262; von Neutronenreaktionen 124; von Kaliummanganat in der quantitativen Analyse 321, 422; Verbrennung organischer Verbindungen 427; von Mehrstoffsystemen 131
Analytisches Laboratorium, Lochkartensystem 131
Aneurinhydrochlorid, Bestimmung 390
Anionaktive Stoffe, Bestimmung im Wasser 57
Anionen, Abtrennung 129
Anorganische Bestandteile, Bestimmung in Brennstoffen und Brennstoffaschen 210
Anorganische Verbindungen, Nachweis von Stickstoff 285; Bestimmung von Schwefel 161
Anthracen, Bestimmung in Paraffin 394
Anthrachinon-Drogen, papierchromatographische Identifizierung 449; Bestimmung von Phenolphthalein neben Antrachinon-Drogen 449
Anthron, Untersuchung 449
Antibiotica, Bestimmung in nichtwäßrigen Medien 126; Nachweis in Trinkmilch 295
Antihistaminica, Bestimmung in nichtwäßrigen Medien 126
Antimon, Abtrennung 128; Trennung von Zinn durch Anionenaustausch 306; Bestimmung in Zinnlegierungen oder Weißmetall 307; in Lagermetall 61; in Ferrowolfram 65; in sulfidischen Erzen 314; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174; Bestimmung von Arsen in Antimon 63
Antimonjodid, Extraktion mit Benzol 148
Antimon-Wismutlegierungen, Untersuchung mit Hochfrequenz 351
Antipyretica, Bestimmung in nichtwäßrigen Medien 126
Antipyrin, azotometrische Bestimmung 221; Bestimmung von Novalgin und Melubrin in Gegenwart von Antipyrin 453
Antiseptica, Nachweis in Trinkmilch 295
Apocarboxylase zur Bestimmung von Thiaminpyrophosphat 53
Arabinose, papierchromatographische Bestimmung 441; Bestimmung im Wein 159
Arginin, Bestimmung im Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Aromatische Verbindungen, Bestimmung von Stickstoff in Verbindungen mit NO_2- und >N—N<-Gruppierung 286
Arsen, spektralphotometrische Bestimmung 148; Abtrennung 128; Trennung von Germanium und Gallium 149; Bestimmung in reinen Metallen 63; in Selen 309; in Ferrowolfram 65; in sulfidischen Erzen 314; in Kohle und Koks 390; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174; auf die Schwefelbestimmung 164
Arsen(III), Bestimmung mit K_2MnO_4 422
Arsenat, Abtrennung bei der Papierchromatographie von Kationen 42
Arsenazo, Verwendung als Indicator bei ÄDTA-Titrationen 127; zur Bestimmung von Thorium 366; zum Nachweis von Uran(VI) und Thorium(IV) 142; zur Bestimmung von Tantal in Titan 62
Arsenit, Bestimmugg 415; Abtrennung bei der Papierchromatographie von Kationen 42
o-Arsonophenylazochromotropsäure zur Bestimmung von Uran 141
2 Arsonophenyl-(1-azo-2)-1, 8(-dihydroxy-naphthalin-3,6-disulfonsäure), zur Bestimmung von Thorium 366
Aryl-ω-aminoketone, Reaktion mit Fehlingscher Lösung 288
Ascorbinsäure, Bestimmung 109, 111; in Sojabohnen 298; in biologischem Material 464; in Gewebe 236
Asparagin, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225

Asparaginsäure, Bestimmung im Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Aspirin, Nachweis 226; Bestimmung von Tridion 125
Atebrin, Untersuchung 216
Atmosphäre, Bestimmung von Carbonylverbindungen299; siehe auch Luft
Atropa-Alkaloide, Nachweis 223
Atropin, R_f-Wert 358; Bestimmung mit Aluminiumchloridisopropylat 458
Aurintricarbonsäure, Verwendung des Ammoniumsalzes zur Bestimmung von Kupfer 132
Auspuffgase, Bestimmung von Kohlendioxyd 300; von Spuren von Kohlenwasserstoffen 299
Ausscheidungen, Bestimmung von Digitoxin 236
Azoxybenzol, Analyse 379
Azoxyverbindungen, Analyse 379

Backhilfsmittel, Nachweis verschiedener Ester 291
Badional, Bestimmung 220
Bäckereihefe, Bestimmung von Fumarase 298
Barbiturate, Farbreaktion 226; Bestimmung 218
Barium, papierchromatographische Bestimmung 365; potentiometrische Bestimmung 43; Bestimmung durch induzierte Fällung an Bleisulfat aus ammoniumacetathaltiger Lösung 136; Abtrennung 271; Trennung von Eisen 374; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 175; auf die Schwefelbestimmung 164
Bariumfluorophosphat, Untersuchung 199
Baryt, Einfluß auf die Bestimmung von Blei in Bleikonzentraten 69
Basen, Bestimmung durch Titration in nichtwäßrigem Medium 126; Bestimmung organischer Basen durch Titration mit Perchlorsäure 389
Base-Säure-Titrationen, in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 441
Baumwollsaatfruchtfleisch, Bestimmung von Gossypol 396
Baumwollsaatmehl, Bestimmung von Gossypol 396
Bauxit, Bestimmung von Gallium 369, 370
Belladonna-Alkaloide, Vergleich der Bestimmungsmethoden 222
Benadryl, Bestimmung 130
Benz-5,6-acridin, Abtrennung 384
Benz-5,6-anthracen-^{14}C, Abtrennung 384
Benzedrin, Nachweis 226
Benzidine, Nachweis N-alkylierter Benzidine 387
Benzilhydrazid, Verbrennung 430
Benzin, Bestimmung des Isoparaffingehaltes 212; Bestimmung von Olefinen 211
Benzinfraktionen, Untersuchung 392
Benzoesäure, Farbreaktion 327; Verbrennung 430
Benzoinoxim, Analyse von Verbindungen 379
Benzol zur Extraktion von Antimonjodid 148; Bestimmung in Toluol 41, 212; von Isopropanol 41
Benzolfraktionen, Bestimmung von ungesättigten Kohlenwasserstoffen 212
2(3)-Benzoxazolinon, Bestimmung in Roggensamen 395
Benzoylaceton zum Nachweis von Titan 144
N-Benzoyl-N-phenylhydroxylamin, zur Trennung von Niob und Tantal 150
3,4-Benzpyren, Bestimmung in Paraffin 394
Benzthiazolreagens auf Sorbinsäure 326
Benzylbenzoat, Bestimmung von 17-Oxyprogesteroncapronat in Benzylbenzoat 79
Benzylchlorid, Bestimmung 377
Bernsteinsäure, Bestimmung 383
Beryllium, Bestimmung 135; in Al, Fe, Cu, Pb, Ti und deren Legierungen 303; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174
Beryllon II, Indicator für komplexometrische Titrationen 442
Bicycloоctane, Abtrennung aus Benzinfraktionen 392
Bicycloparaffine, Abtrennung aus Benzinfraktionen 392
Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Meprobamat 218; von Aminosäuren 227
Biologisches Material, Bestimmung von Kupfer 303; Bestimmung von Ascorbinsäure 464
Biphenyl, Bestimmung in Polyphenylen 400
Bisulfitverbindung zur Bestimmung von Aldehyden im Wein 52
Blei, Bestimmung 107, 108, 134; potentiometrische Bestimmung 42, 43; komplexometrische Bestimmung 187; Trennung von Gallium 143; Bestimmung in hitzebeständigen Legierungen 203; in Lagermetall 61; in Weißmetall oder Zinnlegierungen 307; in Rhenium 65; in Ferrowolfram

65; in Monazitsand 315; in Bleikonzentraten 68, 69; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174; auf die Schwefelbestimmung 164; Bestimmung von Beryllium in Blei 303; von Gallium 369
Bleiacetat, zur Fällung von Phosphaten 147, 148
Blei(IV)-acetat, Titration 127
Bleicherde, Nachweis der Bleicherdenbehandlung von Schweineschmalz 290
Bleidiäthyldithio-carbaminat, zur Bestimmung von Kupfer in Metallen 313
Bleifluorophosphat, Untersuchung 199
Bleiglanz, Bestimmung von Selen 314
Bleikonzentrate, Bestimmung von Kupfer, Blei, Cadmium und Zink 68; von Blei 69
Bleilegierungen, Bestimmung von Beryllium 303; von Aluminium 60
Bleilösung, zur Titration von Sulfat 401
Bleispießglanz, Bestimmung von Selen 314
Bleisulfat, Fällung zur Mitbestimmung von Barium und Radium 136
Bleiwolframat bei der Bestimmung des Wolframations 114
Blei-Zinnlegierungen, Untersuchung mit Hochfrequenz 348
Blut, Bestimmung von Fettsäuren in Tierblut 382; von Glucose 460; der Hämoglobinsauerstoffsättigung in hämolysiertem Gesamtblut 237; von Kohlenoxydhämoglobin 463; von Fibrinogen 232; von N,N-Dimethyl-p-phenylendiamin-Oxydase 464
Blutserum, chromatographische Auftrennung von Glyceriden, Steroiden und Cholesterin 74
Boden, Bestimmung von Kalium 210; von Nickel und Kupfer 125
Bodenschollen, Bestimmung der Trokkensubstanz-, Wasser- und Luftmengen 320
Böhmit-Hydrargillitgemische, Röntgendiffraktionsanalyse 317
Bor, Mikrobestimmung mit Curcumin 138; Abtrennung kleinster Mengen durch Destillation 139
Borat, Abtrennung bei der Papierchromatographie von Kationen 42; Störung der Uranbestimmung 141
Borsäure, colorimetrische Bestimmung 140
Branntwein, Bestimmung von Methanol 289
Brenzcatechin, Farbreaktion 388; Reaktion der Eisen(III)-komplexe mit Fluorid 373; Bestimmung 385
Brenzcatechinviolett, Indicator zur Bestimmung von Wismut und Magnesium in Pharmaceuticis 444
Brennstoffaschen, Bestimmung der anorganischen Bestandteile 210
Brennstoffe, Bestimmung der anorganischen Bestandteile 210
Brillantgrün, Bestimmung 388
Brom, Bestimmung in organischen Substanzen 287; neben Schwefel in organischen Verbindungen 286; in bromierten Acetylenen 288
Bromacylharnstoffe, Bestimmung 218
Bromat, Titration mit Molybdän(III) 27
p-Brommandelsäure, Reagens zur Fällung von Plutonium(III) und (IV) 418, 419; zur Zirkoniumbestimmung 305
Bromzahl, zur Bestimmung von Olefinen 376
Brucin, R_f-Wert 358
Brückenschaltung, Hochfrequenztitriergerät 443
1-Butanol, gaschromatographische Abtrennung 123
sek.-Butanol, Bestimmung in vergorenen Flüssigkeiten 158
Butter, Bestimmung von Wasser 290
Buttersäure, Bestimmung in Celluloseacetobutyraten 398
n-Butylamin, R_f-Wert 378, 379
Butylbromid, Bestimmung 377
Butylenpolymere, Bestimmung der Bromzahlen 72
Butylgruppen, Nachweis tertiärer Butylgruppen in Kohlenwasserstoffen 376
Butyl-p-toluolsulfonat, Bestimmung 377
Butynbase, Bestimmung von Colchicein 125
n-Butyraldehyd, Bestimmung in Luft 300

Cadaverin, Bestimmung 73
Cadmium, papierchromatographischer Nachweis 241; Bestimmung 107, 108, 109, 111, 134; potentiometrische Bestimmung 42, 43; komplexometrische Bestimmung 45, 187; Abtrennung 128; Trennung von Gallium 143; von Zirkonium 86; Bestimmung in hitzebeständigen Legierungen 203; in Rhenium 65; in sulfidischen Erzen 314; in Bleikonzentraten 68; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174
Caesium, Bestimmung 132
Calcium, Bestimmung 136; potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 45, 127, 187,

443; komplexometrische Titration mit 2 Indicatoren 365; Bestimmung mit Palatine Chrome Black S als Indicator 45; Abtrennung 271; Trennung von Zirkonium 86; von Molybdän 153; Bestimmung in Lagermetall 61; in Eisenerzen 208; in Hochofenschlacke 70; in Kaliumdihromat 318; Bestimmung in Fleisch und Knochenmehl 53; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 175; auf die Schwefelbestimmung 164
Calciumfluorophosphate, Untersuchung 199
Calciumoxyd, Bestimmung in Zuschlagstoffen 68
Calciumpikronolat, Analyse 379
Carbid, Bestimmung in nichtrostenden und hochlegierten Stählen 203
Carbonat, Schnellbestimmung 243; Bestimmung in Phosphoriten 316; Störung der Uranbestimmung 141; Bestimmung von Kupfer 303
Carbonsäuren, Auftrennung 459; Bestimmung von Mono- und Dicarbonsäuren 127; siehe auch Fettsäuren
Carbonylverbindungen, Reaktion mit Dinitrophenylhydrazin 380; Bestimmung in der Atmosphäre 299
p-Carboxydibenzoylmethan zum Nachweis von Titan 144
Carboxylgruppen, Einfluß auf die Chelatbildung von Pyridinderivaten 442
6-Carboxylporphyrin, R_f-Wert 238
Carboxymethylcellulose, Bestimmung des Verätherungsgrades 397
β-Carotin, Abtrennung 389
Carotinoide, Trennung 388
Carvacrol, Farbreaktion 388
Cascara, Untersuchung 449
Caseinhydrolysate, Trennung und Nachweis basischer Aminosäuren 227
Catecholaseaktivität, Bestimmung in der Tyrosinase 464
Cellobiose, Identifizierung durch IR-Absorption 383
Celluloseacetobutyrate, chemische Analyse 398
Cer(IV), Bestimmung mit Molybdän-(III) 27; photometrische Bestimmung als Cer(IV)-molybdänsäure 366; Störung bei der Kupferbestimmung 133
Cer(IV)-molybdänsäure, bei der Cer(IV)-Bestimmung 366
Chaksu-Öl, Bestimmung von β-Sitosterol 446
Chelatometrie, Anwendungen 186; Verwendung von Thioharnstoff als Indicator 186; von o-o′-Dihydroxyazoverbindungen 45; von Chrome Fast Black PV 45; von Arsenazo 127; von PAR 186; vonTris(hydroxymethyl)-aminomethan 186; von Beryllon II als Indicator 442; theoretische Grundlagen der potentiometrischen Endpunktsanzeige 42
Chelidonin, Bestimmung mit Aluminiumchloridisopropylat 458
Chemotherapeutica, Bestimmung in nichtwäßrigen Medien 126
Chinaalkaloide, Trennung 216
China-Rhabarber, Untersuchung 449
Chinin, R_f-Wert 358; Bestimmung 130, 216
Chinoline, Bestimmung in Kohlenteerfraktionen 391
2,2′-Chinolyl zur Bestimmung von Kupfer 302
Chinoxalin-2,3-dithiol als Reagens auf Nickel 375
Chlor, Bestimmung in organischen Substanzen 287; neben Schwefel in organischen Verbindungen 286; in Luft 55; im Wasser 56; in Polyvinylchlorid und verwandten Polymeren 399
3-Chlor-N-(3′-dimethylaminopropyl)-phenthiazin-hydrochlorid, Bestimmung 450
Chlorhexidin, Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 219
Chlorid, R-Wert auf der Eisenhydroxydsäule 265; potentiometrische Schnellbestimmung 154; Einfluß auf die Adsorption von Zirkonium 84, 183
Chlorierungsprodukte, Analyse eines Gemisches von Chlorierungsprodukten des Methans 377
p-Chlormandelsäure, zur Zirkoniumbestimmung 305
Chlorpromazin, Eigenschaften und Abtrennung 220; Bestimmung 450
3-Chlor-N-(propyl-3′-piperazinyl-4″-methyl)-phenthiazin, Bestimmung 451
Cholestenon, Verbrennung 430
Cholesterin, chromatographische Abtrennung 74; Bestimmung im Serum 234, 235
Cholesterylpalmitat, Bestimmung 74
Cholinhydrochlorid, Bestimmung 390
Chrom, Nachweis und Abtrennung 371; Bestimmung kleiner Mengen 152; Trennung von Zirkonium 86; von Eisen 374; Bestimmung in konzentrierten Alkalisalzlösungen 319; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174; Bestimmung kleiner Eisengehalte 310

Chrom(III), potentiometrische Bestimmung 43; Bestimmung neben Chromat 152; Trennung von Zirkonium 185
Chromat, Bestimmung kleiner Mengen Chrom(III) 152
Chromatographie, Wasseraufnahme von aktivem Aluminiumoxyd 128
Chrome Fast Black PV, Indicator in der Komplexometrie 45
Chromotropsäure zur Bestimmung von Uran 141; von Methanol in Branntwein 289
Chromsäure, Titration 127
Cinchonin, Bestimmung 130
Citrat, Störung bei der Papierchromatographie von Kationen 41
Citronenöl, Bestimmung von 7-Geranoxycumarin 449
Citrusfrüchte, Absorption und Desorption von Ammoniak 298
Cocain, R_f-Wert 358
Codein, R_f-Wert 358; Nachweis 226; Bestimmung 216
Codeinhydrochlorid, Bestimmung 390
Coenzym A, Bestimmung in Geweben 463
Coffein, Bestimmung in Kaffee und Kaffeextrakten 295; in 3-Hepten 125; Bestimmung von Phenylcinchonylsäure neben Coffein 448
Colchicein, Bestimmung in Butynbase 125
Colchicin, Bestimmung in Herbstzeitlosensamen 456
Collidine, Bestimmung in Steinkohlenteer 391
Coproporphyrin R_f-Wert 238
Corticosteroide, papierchromatographische Trennung polarer Corticosteroide 76
Corticosteron, Abtrennung 77
Cortison, Abtrennung 77
Cremes, Untersuchung auf Chlorhexidin 219
Crotonsäureäthylester, Bestimmung 191
Cryptoflavin, Abtrennung 389
Cryptoxanthin, Abtrennung 389
Curcumin zur Mikrobestimmung von Bor 138
Cyanid, Bestimmung 370; in Wasser 56
Cyanwasserstoff, Bestimmung in der Luft 300
Cyclohexan, Bestimmung von Verunreinigungen 41
Cyclohexanol, gaschromatographische Abtrennung 123; Bestimmung in Toluol 41
Cycloserin, Bestimmung 458
Cyclotetraphosphat, Bestimmung 51
Cyclotriphosphat, Bestimmung 51
Cystein, Bestimmung mit der Quecksilberelektrode 1
Cystin, Bestimmung mit der Quecksilberelektrode 1

Dampfkessel, Bestimmung von Vanadium in Ablagerungen an Heizflächen 69
Decan, gaschromatographische Abtrennung 123
1-Decanol, gaschromatographische Abtrennung 123
11-Dehydrocorticosteron, Abtrennung 77
Dehydroepiandrosteron, Bestimmung 79
Demerol, Nachweis 226
Deparkin, Bestimmung 450
Deserpidin, Abtrennung und Bestimmung 223
11-Desoxycorticosteron, Abtrennung 77
11-Desoxy-17-hydroxycorticosteron, Abtrennung 77
Desoxyribonucleinsäure, Bestimmung 239
Deuterium, Bestimmung im Wasserstoffstrom 433
Diacetylmorphin, Nachweis 226
Diäthoxylphthalsäureester, Abtrennung 40
Diäthylamin, R_f-Wert 378, 379
N-(2′-Diäthylaminoäthyl)-penthiazinhydrochlorid, Bestimmung 450
Diäthylenglykol, Anwendung des Adipinsäurepolyesters zur gaschromatographischen Trennung von Fettsäureestern 382; Abtrennung 40
Diäthylhexylester der Adipinsäure, gaschromatographische Abtrennung 40
Diäthylphthalsäureester, Abtrennung 40
Diallylphthalsäureester, Abtrennung 40
Dialysegeschwindigkeiten, zur Bestimmung von Molekulargewichtsdifferenzen und Verunreinigungen 442
2,8-Diaminonaphthalin-6-sulfonsäure Bestimmung 387
1,2-5,6-Dibenzanthracen, Bestimmung in Paraffin 394
Dibenzoylmethan zum Nachweis von Titan 144
Dibutoxyäthylester der Adipinsäure, gaschromatographische Abtrennung 40
Dibutylamin, R_f-Wert 378, 379
Dibutyl-butylphosphonat, Bestimmung 377

Dibutylphthalsäureester, Abtrennung 40
Dicarbonsäuren, Titration in nichtwäßrigem Medium 127
2,6-Dichlorchinonchlorimid, als Reagens auf Phenole und Phenolsäuren 233
1,6-Di(N′-p-chlorphenylbiguanidid-N-5)hexan, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 219
Dicodidbitartrat, Bestimmung 390
Differentialthermoanalysegerät, Anwendung 46
Difluorophosphat, Bestimmung neben Monofluorophosphat und Monophosphat 197; Abtrennung 194
Diginin, Raymond-Reaktion 221
Digitalisglykoside, Bestimmung 451; colorimetrische Bestimmung 452
Digitonin, zur Fällung von Dehydroepiandrosteron und Epiandrosteron 79
Digitoxigenin, colorimetrische Bestimmung 452
Digitoxin, Raymond-Reaktion 221; colorimetrische Bestimmung 452; Bestimmung in Tabletten 221; in Geweben und Ausscheidungen 236
Digoxin, Raymond-Reaktion 221
Dihydromorphinon, Nachweis 226
o,o′-Dihydroxyazo-Indicatoren für ÄDTA-Titrationen 45
1,3-Dihydroxybenzol-(4-azo-1)-naphtho-2-sulfonsäure-4 zur Bestimmung von Gallium 369
Dihydroxybenzole, Titration mit Halogenen 385
2,2′-Dihydroxydiphenylmethan, Bestimmung 384
2,4′-Dihydroxydiphenylmethan, Bestimmung 384
3-(1,5-Dihydroxy-2-naphthylazo)-4-hydroxybenzolsulfonsäure, Indicator in der Chelatometrie 45
β-Diketone zum Nachweis von Titan 144
Dilaudid, Nachweis 226
Dilaudidbitartrat, Bestimmung 390
Dimethylamin, R_f-Wert 378, 379
Dimethylamino-acetylphenthiazin, Bestimmung 451
p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin, zur Bestimmung von Quecksilber neben anderen Metallen 137
9-(p-Dimethylaminophenyl)-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron, zur Bestimmung von Tantalspuren in Zirkonium und Niob 202
N-(2′-Dimethylaminopropyl-phenthiazin, Bestimmung 450
2,5-Dimethyl-2,5-dinitrohexan, Analyse 379
Dimethylfluoron zur Bestimmung von Tantalspuren in Zirkonium und Niob 202
Dimethylglyoxim, Prüfung auf N- und O-haltige Atomgruppen in Dimethylglyoxim und seinen Verbindungen 379
N,N-Dimethyl-p-phenylendiamin-oxydase, Bestimmung im Blut 464
Dimethylphthalsäureester, Abtrennung 40
3,5-Dinitrobenzamide, chromatographische Trennung 378
Dinitrophenole, Indicatoren für Titrationen in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 442
Dinitrophenylhydrazin, Reaktion mit Carbonylverbindungen 380; mit Steroiden 74
2,4-Dinitrophenylhydrazone von 17-Ketosteroiden, Trennung 77
2,4-Dinitrophenylsulfon, Reagens auf Digitalisglykoside 452
Dinitrosopiperazin, Analyse 379
Dipalmitin, Bestimmung 74
Diparcol, Bestimmung 450
Diphenyl, Bestimmung in Tridion 125
Diphenylamin, Verbrennung 430
Diphosphat, Bestimmung 51
Diphosphorpyridinnucleotide, Bestimmung 240
Dipropylamin, R_f-Wert 378, 379
α,α'-Dipyridyl zur Bestimmung von Eisen 154
Disaccharide, Identifizierung 383
Dithizon, Indicator bei Fällungstitrationen 401
1-Dodecanol, gaschromatographische Abtrennung 123
1-Dodecen, gaschromatographische Abtrennung 123
Dolantin, Nachweis 226
Dolomit, Bestimmung von Calcium und Magnesium 136, 443
Dromoran, Nachweis 226

Edelgase, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 301
Eisen, Bestimmung 374; mit α,α'-Dipyridyl 154; komplexometrische Bestimmung von Eisen(II) und -(III) 45; Abtrennung 271; Trennung von Gallium 143; von Zirkonium 81, 185; von Molybdän 153; Bestimmung in Reinzinn 60; in Chrom, Mangan oder Nickel 310; in Kupfer- und Kobaltkonzentraten 317; in Getreide 291; Störung bei der Kupferbestimmung 133; Einfluß auf die Zirkonium-

bestimmung 145; Bestimmung von Beryllium in Eisen 303; von Schwefel 313
Eisen(II), Chelatbildung mit Pyridin-2,6-dialdoxim 442; Nachweis mit Kakothelin 11
Eisen(III), Nachweis 130; potentiometrische Bestimmung 43; Abtrennung durch Anionenaustausch 128; Trennung von anderen Metallen 374; von Aluminium 155; Störung der Uranbestimmung 141; Einfluß auf auf die Zirkoniumbestimmung 174
Eisen(III)-brenzcatechinkomplexe, Reaktion mit Fluorid 373
Eisencarbid, Bestimmung im Stahl 312
Eisen(III)-chlorid, Titration mit Molybdän(III) 27
Eisenerze, Bestimmung von Calcium und Magnesium 208; Bestimmung von Zink neben Kobalt 209
Eisen(III)-hydroxamate, analytische Verwendung 189
Eisenhydroxydsäule, Herstellung und Verwendung in der analytischen Chemie 263
Eisen(III)-ionen, hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 88
Eisenlegierter Zinngehalt, Bestimmung in Weißblech 62
Eisenlegierungen, Bestimmung von Beryllium 303
Eisen(III)-salzlösung zur Titration von Kupfer(I) neben Kupfer(II) 133
Eiweiß, Untersuchung durch Inonenaustauscherchromatographie 459; Reagens zum Nachweis und zur Bestimmung im Urin 231; elektrochromatographische Untersuchung im Serum 229; Bestimmung in lipoidhaltigem Serum 230
Eiweißhydrolysat, Bestimmung von Aminosäuren 216
Eiweißstoffe, Untersuchung im Wein 158
Elektroden, zur Bestimmung des CO_2-Druckes 43; Bestimmung von Cystein und Cystin an der Quecksilberelektrode 1
Elektrophorese in Stärkegel 123
Elementaranalyse, Verbrennung organischer Verbindungen 427; Bestimmung von aktivem Wasserstoff 283; Bestimmung von Quecksilber in organischen Verbindungen 283; von Hg und P in quecksilberorganischen Verbindungen 284; von Kohlenstoff in organischen Substanzen 284; schnelle und präzise C-H-Bestimmung 46; Bestimmung von Silicium in organischen Siliciumverbindungen 285; Nachweis von Stickstoff in organischen und anorganischen Verbindungen 285; Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 47; mit Jodat 285; nach KJELDAHL in Verbindungen mit NO_2- bzw. >N-N<-Gruppierung 286; Bestimmung von Stickstoff, Schwefel und Halogenen in organischen Substanzen 48; von Sauerstoff in organischen Verbindungen 286; Bestimmung von Schwefel 48; Schnellbestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 49; spektrophotometrische Mikrobestimmung von Schwefel 49; Absorption der Schwefeloxyde 48; Bestimmung von Halogenen und Schwefel gemeinsam 286; von Halogenen in organischen Substanzen 287; Mikroanalyse organischer Fluorverbindungen 50; Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 287
Emetin, Nachweis auf Papierchromatogrammen 224
Emodin, Untersuchung 449
Ephedra, Bestimmung von Ephedrin und Pseudoephedrin 222
Ephedrin, Bestimmung in Ephedra 222
Epiandrosteron, Bestimmung 79
Epoxydharze, Bestimmung des α-Glykolgehaltes 72
Erdalkalimetalle, Trennung von Zirkonium 185
Erde, Bestimmung von Ca und Mg in Gartenerde 136
Erze, Bestimmung von Uran 204; von Germanium 205; von sulfidischem Zinn 206; von Schwefel 207, 313; von Selen in sulfidischen Erzen 314
Essigsäure, Bestimmung in Celluloseacetobutyraten 398
Essigsäureanhydrid, spektralphotometrische Bestimmung 382
Essigsäuredestillation, automatische Steuerung 32
Ester, Analyse 376; Untersuchung auf Acetylenwasserstoff 377
Eugenol, Farbreaktion 388
Evipan, Bestimmung 448
Extinktion, Messung von Schweineschmalz 290
Extrakte, Bestimmung von Aminosäuren 227
Extraktheltige Flüssigkeiten, Bestimmung des Alkoholgehaltes 444

Fällungstitrationen, Verwendung metallspezifischer Indicatoren 401
Fälschungen, Nachweis in Speiseölen 159
Fahlerz, Bestimmung von Selen 314
Farbstoffe, Bestimmung gelber Farbstoffe in Senf 54
Fast Sulphon Black F, Indicator in der Chelatometrie 45
Ferrolegierungen, Bestimmung von Stickstoff und Kohlenstoff 312
Ferrosilicium, Bestimmung von Magnesium in der Ligatur mit Mg 58
Ferrowolfram, Bestimmung von Cu, Bi, Sn, Sb, As und Pb 65
Feste Phasen, Fehler bei der Bestimmung von Mikrokomponenten 131
Fette, Zusammenhänge zwischen physikalischen Konstanten und chemischer Struktur 442; Bestimmung von Wasser 290
Fettkügelchenhüllen, Nachweis in der Milch 52
Fettsäureester, Trennung durch Gas-Flüssigchromatographie 382
Fettsäuren, Nachweis mit Ninhydrin 380; Bestimmung kleiner Mengen langkettiger Fettsäuren 382; Bestimmung der Ester gesättigter, ungesättigter, geradkettiger und verzweigter Fettsäuren 189; Trennung flüchtiger aliphatischer Säuren durch Papierchromatographie 381; höherer gesättigter Fettsäuren 381; Bestimmung im Mutterkornöl 225
Fibrinogen, Bestimmung im Blut 232
Fichtenäthanollignin, Bestimmung des Molekulargewichtes 215
Fischmehl, Bestimmung von Rohfett 295
Flavyliumperchlorat als analytisches Reagens 45
Fleisch, Bestimmung von Calcium 53
Fluor, Tüpfelnachweis und Bestimmung 373; Bestimmung in Uranverbindungen 317; in Kryolith 208; in Aluminiumfluorid 317; in Fluorophosphaten 198
Fluorid, Reaktion mit Eisen(III)-brenzcatechinkomplexen 373; Nachweis neben Fluorophosphat 196; heterometrische Bestimmung 153; amperometrische Bestimmung von Spuren 153; Bestimmung in Wasser 56; in verdünnten wäßrigen Lösungen 153; Störung der Uranbestimmung 141; Einfluß schwerlöslicher Fluoride auf die Bestimmung von Zirkonium 173
Fluorophosphate, analytische Chemie 193; Bestimmung neben Monophosphat 197; Nachweis von Fluorid neben Fluorophosphat 196; Bestimmung von Fluor 198
Fluorverbindungen, Mikroanalyse organischer Fluorverbindungen 50
Formaldehyd, Bestimmung in Wasser 56
Formaldehyd-Harnstoffharze, Erkennung 72
Formiat, Störung bei der Papierchromatographie von Kationen 41
Frangula, Untersuchung 449
Fructose, Nachweis in Lebensmittelzusätzen 51
Fuchsinschweflige Säure, zur Bestimmung von Methanol in Branntwein 289
Fumarase, Bestimmung in Bäckereihefe 298
Funktionelle Gruppen zur Bestimmung von Uran(VI) 5
Furanderivate, Infrarotspektren 389
Furildioxim, Analyse von Verbindungen 379
2-Furoylbenzoylmethan zum Nachweis von Titan 144
2-Furoyltrifluoraceton, zur Bestimmung von Kupfer 133

Galaktose, Nachweis in Lebensmittelzusätzen 51; Bestimmung im Wein 159
Galakturonsäure, Bestimmung im Wein 159
Gallenit, Bestimmung von Gallium 370
Gallion, zur Bestimmung von Gallium 368
Gallium, Bestimmung 368; fluorimetrische Bestimmung 369; potentiometrische Bestimmung 43; Trennung von Pb, Cd, Fe und Cu 143; von Arsen 149; Bestimmung in verschiedenen Mineralien 370; Bestimmung von Arsen in Gallium 64
Gallussäureester, Trennung aus Pflanzenmaterial 397
Gartenerde, Bestimmung von Ca und Mg 136
Gaschromatographie, Überblick über die Grundlagen, den apparativen Aufbau und die Anwendungsmöglichkeiten 440; Theorie, Arbeitsweise und Anwendungen 121; Anwendung im Mikrogrammbereich 122; Dokumentation von Daten 40; Hochtemperatur-Gaschromatograph 40; Arbeiten bei linear ansteigenden Säulentemperaturen 123; Trennungen bei

Temperaturen bis 350° C 40; Eignung von Zeolithen als Adsorptionsmittel 121; Spurenanalyse 40
Gase, Analyse technischer Gase 201; Bestimmung von Schwefelkohlenstoff in inerten Gasen 301; coulometrische Bestimmung von Sauerstoff 301
Gasturbinen, Bestimmung von Vanadium in Ablagerungen an Schaufeln von Gasturbinen 69
Gegenstromextraktionsapparatur, vielstufige Gegenstromextraktionsapparatur 46
Gegenstromverteilung, automatische Apparatur zur Auftrennung von Gemischen 443
Gelatine, Bestimmung mineralischer Verunreinigungen 213; Bestimmung kleiner Mengen Kupfer 213
Gelbkörpergewebe, Bestimmung von Progesteron 75
Geneserin, Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 457
Gentiobiose, Identifizierung durch IR-Absorption 383
7-Geranoxycumarin, Bestimmung in Citronenöl 449
Germanium, Bestimmung mit Phenylfluoron 371; Trennung von Arsen 149; Bestimmung in Erzen, Kohlen und Industrieabfällen 205; in Pflanzensubstanz 215
Gesteine, Bestimmung von Kupfer 302
Getreide, Mikrobestimmung von Eisen 291; Bestimmung von Vitamin B_1 296
Gewebe, Bestimmung von Ascorbinsäure 236; von Digitoxin 236; von Nucleinsäuren 238; von Coenzym A 463; siehe auch Gelbkörpergewebe
Gitoxigenin, colorimetrische Bestimmung 452
Gitoxin, Raymond-Reaktion 221
Gläser, Zusammenhänge zwischen physikalischen Konstanten und chemischer Struktur 442
Globuline, Bestimmung im Serum 231
Glucose, papierchromatographische Bestimmung 441; Nachweis in Lebensmittelzusätzen 51; Bestimmung in Polysacchariden und Urin 233; Bestimmung von Blutglucose im Serum 461; photometrische Mikrobestimmung im Blut mit Hilfe von Glucoseoxydase 460; Bestimmung von Inulin neben Glucose 461
Glucoseoxydase, zur Bestimmung von Glucose im Blut 460
Glucuronsäure, Bestimmung in Polysacchariden und Urin 233
Glutamin, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225
Glutaminsäure, Bestimmung in Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Glyceride, chromatographische Auftrennung 74
Glycerin, Bestimmung von Wasser 290
Glycerin-triisovaleriansäureester, Bestimmung 192
Glycerin-tripropionsäureester, Bestimmung 190
Glycerin-tri-n-valeriansäureester, Bestimmung 191
Glycin, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225
Gykokoll, Bestimmung im Wein 159
α-Glykol, Bestimmung in Epoxydharzen 72
Glykolgruppierungen, Bestimmung in Celluloseacetobutyraten 398
Glykolmonomethyläther-buttersäureester, Bestimmung 190
Glykolmonomethyläther-crotonsäureester, Bestimmung 191
Glykolmonomethyläther-isovaleriansäureester, Bestimmung 192
Glykolmonomethyläther-propionsäureester, Bestimmung 190
Glykolmonomethyläther-n-valeriansäureester, Bestimmung 191
Glykoproteine, Charakterisierung 228
Glykoside, Raymond-Reaktion von Herzglykosiden 221
Glykuronide von Phenolsteroiden und Ketosteroiden, Trennung 78
Gold, Abtrennung 128
Gold(III), Nachweis 130
Gold(III)-chlorid, Titration 127
Gossypol, Bestimmung in Baumwollsaatmehl und Baumwollsaatfruchtfleisch 396
Graphit, Bestimmung in magnetithaltigen Katalysatoren 318
Guajacol, Farbreaktion 388
Gummierzeugnisse, Bestimmung von Zink 70; von Polyisobutylen 71
Gußeisen, Bestimmung von Silicium 67

Hämatoporphyrin, R_f-Wert 238
Hämoglobin, Bestimmung 237; elektrophoretische Trennung der Humanhämoglobine 462; Bestimmung von Sulfhydrylgruppen in Humanhämoglobin 237
Hämoglobinfaktoren, Darstellung 462
Hämoglobinsauerstoffsättigung, Bestimmung in hämolysiertem Gesamtblut 237

Hafnium, potentiometrische Bestimmung 43; Störung bei der Zirkoniumbestimmung 145
Halbtrocknende Öle, Bestimmung in Olivenöl 213
Halogene, zur coulometrischen Titration von Mono- und Dihydroxybenzolen 385; Bestimmung in organischen Substanzen 48, 287, 288; in organischen Verbindungen gemeinsam mit Schwefel 286
Haptoglobin, Bestimmung im Serum 462
Harn, Identifizierung und Bestimmung von Phenolderivaten 233; Bestimmung von Oestradiol, Oestron und Oestriol 235; siehe auch Urin
Harnanalyse durch Ionenaustauscher 217
Harnstoff-Formaldehydharze, Erkennung 72
Harnstoff-Melaminharze, Erkennung 72
Hartparaffin, Bestimmung des Ölgehaltes 394
Harzsäuren, Bestimmung 397
Hefe, Bestimmung von Fumarase in Bäckereihefe 298
Heizflächen von Dampfkesseln, Bestimmung von Vanadium in Ablagerungen 69
Helium, gaschromatographische Bestimmung 121
Heptan, gaschromatographische Abtrennung 123
Heptaphosphat, Bestimmung 51
3-Hepten, Bestimmung von Coffein 125
Herbstzeitlosensamen, Bestimmung von Colchicin 456
Heroin, Nachweis 226
Herzglykoside, verbesserte Raymond-Reaktion 221; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 451
Heterocyclische Basen, Untersuchung auf Acetylenwasserstoff 377
Hexachlorbenzol, Verbrennung 430
Hexamethylentetramin, Bestimmung von Phenylcinchonylsäure neben Hexamethylentetramin 448
Hexan, gaschromatographische Abtrennung 123
Hexaphosphat, Bestimmung 51
n-Hexylamin, R_f-Wert 379
Hexylresorcin, Farbreaktion 388
Histamin, colorimetrische Bestimmung 389
Histidin, Bestimmung 459; im Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Hochfrequenztitrationen, Gerät mit Brückenschaltung 443
Hochmolekulare ungesättigte Verbindungen, Analyse 211
Hochofenschlacke, Schnellanalyse 70
Honigtau des Mutterkorns, Bestimmung von Aminosäuren 225
Hüttenprodukte, Bestimmung von Gallium 369
Humanhämoglobin, elektrophoretische Trennung 462; Bestimmung der Sulfhydrylgruppen 237
Hydrargillit-Böhmitgemische, Röntgendiffraktionsanalyse 317
Hydrazin, maßanalytische Bestimmung 146
Hydrochinon, Farbreaktion 388; Bestimmung 385
Hydrocortison, Abtrennung 77
Hydrogencarbonate, Nachweis löslicher Hydrogencarbonate 143
Hydrolysate, Bestimmung von Aminosäuren 227
Hydroxamsäuren, Analyse 379; Titration von Ammoniak und Hydroxylamin in Gegenwart polymerer Hydroxamsäuren 145
β-Hydroxyäthylamine, Nachweis 92
3,3′-bis-(o-Hydroxybenzyl)-2,2′-dihydroxydiphenylmethan, Bestimmung 384
2,6-bis-(-o-Hydroxybenzyl)-phenol, Bestimmung 384
4-Hydroxy-3,5-bis(-2-hydroxy-naphthylazo)-benzolsulfonsäure, Indicator in der Komplexometrie 45
Hydroxy-α-carotin, Abtrennung 389
8-Hydroxychinolin zur Bestimmung verschiedener Metalle 134
2-Hydroxy-3-chloro-5-nitrobenzol-(1-azo-2′)-1′-hydroxy-8′-aminonaphthalin-3′,6′disulfonsäure, zur Bestimmung von Gallium 368
2-(2-Hydroxy-3,6-disulfo-1-naphthylazo-)benzolarsonsäure, zur Bestimmung von Thorium 367
1-Hydroxy-8-(2-hydroxynaphthylazo)-2-(4-sulfonaphthylazo)3,6-naphthalindisulfonsäure, Indicator in der Komplexometrie 45
1[1-Hydroxy-6(2-hydroxynaphthylazo)-4-sulfo-2-phenylazo]-2-naphthol-6-sulfonsäure, Indicator in der Chelatometrie 45
5-Hydroxy-indolessigsäure, Bestimmung 234
Hydroxylamin, Reaktion mit Aldehyd- und Ketogruppen 399; Bestimmung 146; Titration in Gegenwart von Hydroxamsäuren 145
Hydroxylgruppen, Bestimmung in Celluloseacetobutyraten 398; in Polyhydroxypropylenglykolen 447

Hydroxymethylsulfonsäure, Einfluß auf die Chelatbildung von Pyridinderivaten 442
2-(o-Hydroxyphenyl)-benzoxazol, Reagens auf Palladium 359
5-Hydroxytryptamin, Bestimmung 234
Hyoscin, R_f-Wert 358
Hyoscyamin, R_f-Wert 358
Hypnotica, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 218; in nichtwäßrigen Medien 126
Hypobromitionen, Bestimmung 411
Hypochloritionen, Bestimmung 415

IBM-Lochkarten zur Dokumentation in der Gaschromatographie 40
Indicatoren, Verwendungmetall spezifischer Indicatoren bei Fällungstitrationen 401; Verwendung von o,o′-Dihydroxyazo-Indicatoren für ÄDTA-Titrationen 45; von Arsenazo bei ÄDTA-Titrationen 127; von Säurechromdunkelblau und Säurechromblau K als komplexometrische Indicatoren 365; von Beryllon II als komplexometrischer Indicator 442; Indicatoren für Titrationen in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 441
Indium, potentiometrische Bestimmung 43; Abtrennung 128; Bestimmung von Arsen 64
Industrieabfälle, Bestimmung von Germanium 205
Industrieabwässer, Bestimmung verschiedener Stoffe 56
Industriebetriebe, Bestimmung von Ozon und Chlor in der Luft 55
Industriewasser, Bestimmung von Ca und Mg 136
Inosit, Bestimmung von Myo-Inosit 461
Inulin, Bestimmung neben größeren Mengen Glucose 461
Inulobiose, Identifizierung durch IR-Absorption 383
Ionen, Trennung von Anionen und Kationen 129
Ionenaustauscher, Verwendung in Pharmazie und Medizin 216; in der Harnanalyse 217
Ionium, Bestimmung in Meerschlamm 204
Ipecacuanha-Wurzel, Nachweis von Emetin 224
Isobutyraldehyd, Bestimmung in Luft 300
Isocyanatharze, Erkennung 72
Isoleucin, Bestimmung in Wein 159
Isomaltose, Identifizierung durch IR-absorption 383
Isonicotinsäure, Nachweis und Bestimmung 386; Bestimmung 386
Isonicotinsäurehydrazid, Nachweis und Bestimmung 386; Bestimmung 386
Isonicotinylbenzoylmethan zum Nachweis von Titan 144
Isonipecain, Nachweis 226
Isonitrosodimedon zur Bestimmung von Kobalt 156
Isonitrosodimethyldihydroresorcin zur Bestimmung von Kobalt 156
Isoparaffine, Bestimmung in olefinfreien Benzinen 212
Isopropanol, Bestimmung in Benzol 41; in vergorenen Flüssigkeiten 158
Isopropylamin, R_f-Wert 379
4,4′-Isopropylidendiphenol, Bestimmung 384
Isostrophanthidin, Raymond-Reaktion 221
Istizin, Untersuchung 449

Jod, Bestimmung neben Schwefel in organischen Verbindungen 286; radioaktives Jod zur Bestimmung von Pepsin im Magensaft 228
Jodat, Titration mit Molybdän(III) 27
Jodmonochlorid, Titration 127

Kaffee, Bestimmung von Coffein 295
Kaffee-Extrakte, Bestimmung von Coffein 295
Kairolin, Anwendung bei der Bestimmung von aktivem Wasserstoff 283
Kakothelin, zum Nachweis von Eisen(II) 11
Kalium, Trennung von Natrium durch Ionenaustausch 364; Bestimmung in Milch 293; im Boden 210
Kaliumdichromat, Titration mit Molybdän(III) 27; Bestimmung von Calcium 318
Kaliumfluorophosphat, Untersuchung 199
Kaliummanganat, Anwendung in der quantitativen Analyse 321, 422
Kalium-Natriumlegierungen, Bestimmung von Chromspuren 319
Kaliumpermanganat, Titration 127
Kalkstein, komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 443
Katalysatoren, Bestimmung von Wasser in oxydischen Katalysatoren 318; von Graphit in magnetithaltigen Katalysatoren 318

Katalysatorreaktionen, Zusammenhänge zwischen physikalischen Konstanten und chemischer Struktur 442
Kathodennickel, Bestimmung von Kupfer 313
Kationaktive Stoffe, Bestimmung im Wasser 57
Kationen, Bestimmung 130; papierchromatographischer Trennungsgang 41; Abtrennung 129
Kesselspeisewasser, Bestimmung von Salzspuren 56
Ketogruppen, Unterscheidung von Aldehydgruppen in den Oxydationsprodukten von Polyenen 398
Ketone, Analyse 376
17-Ketosteroide, Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 77; Reinigung der Sulfate und Glykuronide im Urin 78
Ketoverbindungen, Nachweis mit Flavyliumperchlorat 45
Kiefernalkalilignin, Bestimmung des Molekulargewichtes 215
Kiese, Bestimmung von Selen 314
Kieselfluorwasserstoffsäure, bei der Kieselsäurebestimmung 254
Kieselsäure, Bestimmung durch Destillation von H_2SiF_6 in einer Silberapparatur 254; Bestimmung neben Al_2O_3, V_2O_5 und ZrO_2 260; neben Titandioxyd 259; in Hochofenschlacke 70; in hydrolysierenden und nicht hydrolysierenden Äthylsilicaten 215
Knochenmehl, Bestimmung von Calcium 53
Kobalt, Chelatbildung mit Picolylamin 442; colorimetrische Bestimmung 156; potentiometrische Bestimmung 43; gewichtsanalytische Bestimmung 155; Abtrennung 136; Abtrennung durch Anionenaustausch 128; Trennung von Zirkonium 86; Bestimmung in Kupfer- und Kobaltkonzentraten 317; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174; Bestimmung von Kupfer 313; von Zink in Eisenerz neben Kobalt 209; Nachweis von Nickel neben Kobalt 156
Kobaltchelate, analytische Ausnutzung des Redox-Verhaltens 375
Kobaltkonzentrate, Bestimmung von Kupfer, Kobalt und Eisen 317
Kohlen, Bestimmung von Germanium 205; von Stickstoff, Halogenen und Schwefel 48; von Arsen 390
Kohlendioxyd, Bestimmung in Auspuffgasen 300; Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 301
Kohlendioxyd-Druck, Elektrode zur Bestimmung 43
Kohlenhydrierungsprodukte, Analyse hochsiedender Kohlenhydrierungsprodukte 392
Kohlenoxyd, gaschromatographische Bestimmung 121
Kohlenoxydhämoglobin, Bestimmung im menschlichen Blut 463
Kohlenoxysulfid, Bestimmung in Gasen 201
Kohlenstoff, Bestimmung 46; Bestimmung in kleinen Mengen fester organischer Substanzen 284; kleiner Mengen in Metallen 303; in Titan und Zirkonium und ihren Legierungen 62; in Ferrolegierungen 312; im Stahl 66, 311
Kohlenstoff 14-markierte Verbindungen, Bestimmung der Radioaktivität 129
Kohlenstoffsulfidionen, Bestimmung 130
Kohlenteerfraktionen, Bestimmung von Pyridinen und Chinolinen 391
Kohlenwasserstoffe, gaschromatographische Trennung 40; Bestimmung in Maschinenauspuffgasen und Stadtluft 299; ungesättigter Kohlenwasserstoffe in Rohbenzol und Benzolfraktionen 212; polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe in Paraffin 394; Nachweis und Bestimmung tertiärer Butylgruppen 376
Kohlenwasserstoffgemische, gaschromatographische Trennung 440
Komplexometrie, Anwendungen 186; Verwendung von Thioharnstoff als Indicator 186; von o,o′-Dihydroxyazoverbindungen 45; von Chrome Fast Black PV 45; von Fast Sulphon Black F 45; von Arsenazo 127; von PAR 186; von Tris-hydroxymethylaminomethan 186; von Beryllon II 442
Kondensierte Phosphate, papierchromatographische Trennung 37
Kongorot, Indicator für Titrationen in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 441
Koks, Bestimmung von Arsen 390
Koproporphyrin, R_f-Wert 238
Kreideböden, Bestimmung von Phosphorsäure 320
o-Kresol, Reagens auf p-Aminophenol und p-Phenylendiamin 234
Kresole, Farbreaktion 388; Bestimmung 385
Kryolith, Bestimmung von Fluor 208
Kunststoffe, Untersuchung in der Lebensmittelindustrie auf Weichmacher 289

Kupfer, Nachweis 130; Bestimmung 134; mit 2-Furoyltrifluoraceton 133; mit Zincon 134; mit 2,2'-Chinolyl302; Mikrobestimmung mit Aluminon 132; potentiometrische Bestimmung 42, 43; komplexometrische Bestimmung 45, 187; Abtrennung 271; Abtrennung durch Anionenaustausch 128; Trennung von Gallium 143; von Zirkonium 86; von Eisen 374; Bestimmung in Legierungen 201; in Zinn 304; in Lagermetall 61; in Ferrowolfram 65; in metallischem Nickel oder Kobalt 313; in Kupfer- und Kobaltkonzentraten 317; in Bleikonzentraten 68; in Natriumchlorid 316; im Boden 125; in Pflanzen 395; in Schmierölen 393; kleiner Mengen in Gelatine 213; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174; Bestimmung von Cu^{I} neben Cu^{II} 133; von Beryllium in Kupfer 303; Nachweis von Nickel neben Kupfer 156
Kupferbenzoinoxim, Analyse 379
Kupferchloridkristallisation in der Milchforschung 160
Kupferkies, Bestimmung von Selen 314
Kupferkomplexonat-[1-(-Pyridylazo)-2-naphthol], Indicatorsystem bei Fällungstitrationen 401
Kupferkomplexreagens, zur Bestimmung von Hypnoticis 218
Kupferkonzentrate, Bestimmung von Kupfer, Kobalt und Eisen 317
Kupferlegierungen, Bestimmung von Beryllium 303
Kupferpyridinkomplexreagens, zur Bestimmung von Hypnoticis 218
Kupferron, Verwendung zur amperometrischen Titration von Zirkonium 144; zur Trennung von Niob und Tantal 149
Kupfersalicylaldoxim, Analyse 379
Kupferüberzüge, Bestimmung von Schwefeleinschlüssen 313

Lacke, Prüfung auf N, Si, P und Ti 72
Lactose, Nachweis in Lebensmittelzusätzen 51
Lagermetall, spektralanalytische Untersuchung 61; Bestimmung von Pb, Cu, Sb und Sn 61
Lanthan, potentiometrische Bestimmung 43
Largactil, Bestimmung 450
Larocainhydrochlorid, Bestimmung 390
Latex, Bestimmung von Ammoniak in wäßrigen Suspensionen 443
Lebensmittel, Nachweis verschiedener Zucker 51; Trennung kondensierter Phosphate in Zusätzen 50
Lebensmittelindustrie, Untersuchung von Kunststoffen auf Weichmacher 289
Lebensmittelkontrolle, Bestimmung von Spritzmittelrückständen 55
Legierungen, Bestimmung von Kupfer und Zink 201; von Cd, Pb und Bi in hitzebeständigen Legierungen 203; von Vanadium 308; von Schwefel 207, 313; Analyse metallkeramischer Legierungen, die Ag, W und Ni enthalten 57
Legierungsbestandteile, Bestimmung in Stahl 310
Leim, Bestimmung mineralischer Verunreinigungen 213
Leucin, Bestimmung in Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Leucrose, Identifizierung durch IR-Absorption 383
Levorphanol, Nachweis 226
Ligninpräparate, Bestimmung des Molekulargewichtes 215
Liköre, Titration des Gesamtsäuregehaltes 52
Lipoide, Bestimmung 230; Bestimmung von Fettsäuren in Gewebelipoiden 382
β-Lipoproteide, Bestimmung im menschlichen Serum 232
Lipoproteine, Charakterisierung 228
Lithium, Bestimmung 132
Lobelia-Alkaloide, papierchromatographische Trennung 454
Lobelinhydrochlorid, Bestimmung 390
Lochkarten, System für analytisches Laboratorium 131; Verwendung zur Dokumentation in der Gaschromatographie 40
Lokalanaesthetica, Untersuchung 216; Bestimmung in nichtwäßrigen Medien 126
Luft, Bestimmung des Luftvolumens in Bodenschollen 320; Bestimmung von Cyanwasserstoff 300; von Schwefelkohlenstoff 301; Ultramikrobestimmung von Stickstoffdioxyd 299; Bestimmung von Ozon und Chlor 55; von Nickelcarbonyl 56; von Spuren von Kohlenwasserstoffen 299; von Carbonylverbindungen 299; siehe auch Atmosphäre, sowie Stadtluft
Lumi-Mutterkornalkaloide, Bestimmung 456
Luminal, Bestimmung 448
Lutein, Abtrennung 389

Lutidine, Bestimmung in Steinkohlenteer 391
Lycopen, Abtrennung 389
Lysin, Bestimmung im Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225

Magensaft, Bestimmung von Pepsin 228
Magnesium, Bestimmung 136; potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 45, 127, 443; mit zwei Indicatoren 365; Abtrennung 271; Abtrennung und Nachweis 135; Trennung von Zirkonium 86; von Eisen 374; Bestimmung in Aluminium-Magnesium-Legierungen 58; in der Ligatur Mg + FeSi 58; in Lagermetall 61; in Eisenerzen 208; in Hochofenschlacke 70; neben Wismut in Pharmaceuticis 444; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174; Bestimmung von Wasserstoff 303
Magnesium-Aluminium-Legierungen, Bestimmung von Magnesium 58
Magnetit, Bestimmung von Graphit in magnetithaltigen Katalysatoren 318
Malachitgrün, Bestimmung 388
Malonsäure, Nachweis mit Flavyliumperchlorat 45
Maltose, Identifizierung durch IR-Absorption 383; Nachweis in Lebensmittelzusätzen 51
Maltulose, Identifizierung durch IR-Absorption 383
Mandelsäure, Reagens zur Fällung von Plutonium 417
Mangan, Bestimmung 107, 109, 111; komplexometrische Bestimmung 45, 187; Abtrennung 271; Trennung von Zirkonium 86; von Eisen 374; Bestimmung in Hochofenschlacke 70; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174; Bestimmung kleiner Eisengehalte 310
Mangan(II), potentiometrische Bestimmung 43
Manganat, Verwendung in der quantitativen Analyse 321, 422
Margarine, Bestimmung von Wasser 290
Massenspektrometrie, vollautomatische Anlage zur Analyse 123; Berechnung massenspektrometrischer Analysen 44; Auswertung von Matrizen 44
Matrizen, Auswertung in der Massenspektrometrie 44
Medizin, Verwendung von Ionenaustauschern 216
Meerschlamm, Bestimmung von Uran, Thorium und Ionium 204
Mehrstoffsysteme, Analyse 131
Melaminharze, Erkennung 72
Melubrin, Bestimmung in Gegenwart von Antipyrin und Pyramidon 453
Meperedin, Nachweis 226
Meprobamat, Bestimmung 217; in biologischen Flüssigkeiten 218
Mercaptane, Bestimmung 130
2-Mercapto-5-anilino-1,3,4-thiodiazol, zur Bestimmung von Quecksilber 137
Messing, Bestimmung von Kupfer 133
Metallchelate, Untersuchung 442
Metalle, Abtrennung von Eisen 374; spektrographische Bestimmung in Zirkonium 306; Bestimmung in Reinstselen 309; Bestimmung kleiner Kohlenstoffmengen 303; von Arsen 63; von Schwefel 313
Metallegierungen, Untersuchung mit Hochfrequenz 333
Metallionen, Trennung mit Natriumsulfidlösung 128
Metallkeramische Legierungen, Analyse 57
Metallspuren, Bestimmung in Petroleumfraktionen 393
Methadon, Nachweis 226
Methan, gaschromatographische Bestimmung 121; Analyse eines Gemisches der Chlorierungsprodukte 377
Methanol, gaschromatographische Abtrennung 123; Bestimmung in Branntwein 289; in Wasser 41
Methionin, Bestimmung in Wein 159
p-Methoxybenzhydroxamsäure, Analyse 379
Methoxydibenzoylmethane zum Nachweis von Titan 144
Methyläthylketon, Bestimmung in Luft 300
2-Methyl-4-äthylpyridin, Bestimmung in Steinkohlenteer 391
Methylamin, Reaktion mit Aldehyd- und Ketogruppen 399; R_f-Wert 378, 379
Methylcholanthren, Bestimmung in Paraffin 394
N-Methyl-cyclohexenyl-methylbarbitursäure, Bestimmung 448
Methylmethacrylat, Bestimmung von Aceton 399
Methylsalicylat, Farbreaktion 388
Methylstearat, Bestimmung 377
1-Methyl-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, Anwendung bei der Bestimmung von aktivem Wasserstoff 283
Methylthymolblau, Indicator zur Bestimmung von Wismut 444
Methyl-p-toluolsulfonat, Bestimmung 377

Mikrokomponenten, Fehler bei der Bestimmung in festen Phasen 131
Milch, Bestimmung von Kalium 293; von Strontium-90 160, 293; Nachweis quartärer Ammoniumverbindungen 294; der Fettkügelchenhüllen 52; der Antiseptica und Antibiotica in Trinkmilch 295
Milchforschung, Anwendung der Kupferchlorid-Kristallisation 160
Milchpräparate, Bestimmung von Strontium-90 160
Milchpulver, mikroskopische Untersuchung 53
Milchsäure, Reinigung zur chromatographischen Trennung von Seltenen Erden 140
Milchserum, Bestimmung von Aminosäuren 160
Milchwirtschaftliche Einheitsmethoden, Bestimmung von Wasser in Butter 290
Milchzucker, Bestimmung von Phenylcinchonylsäure neben Milchzucker 448
Mineralien, Bestimmung von Schwefel 207
Mineralische Verunreinigungen, Bestimmung in Gelatine und Leim 213
Mineralöle, Zusammenhänge zwischen physikalischen Konstanten und chemischer Struktur 442
Mineralölfraktionen, Ringanalysendiagramme 392
Moirs Indicator, Anwendung für Titrationen in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 441
Molekulargewichtsdifferenzen, Bestimmung durch Messung von Dialysegeschwindigkeiten 442
Molybdän, Bestimmung 372; Abtrennung 128; Trennung von Zirkonium 86; von Vanadium durch Extraktion 362; von Fe, Al und Ca 153; Bestimmung in Stahl 311; in Thoriumoxydschlamm, Stahl und Uranylsulfatlösung 206; in Pflanzen 395; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174; Rückgewinnung aus molybdänhaltigen Filtraten der Phosphorsäurebestimmung 18
Molybdän(III), als volumetrisches Reduktionsmittel 24
Molybdänhaltige Fitlrate, Rückgewinnung des Molybdäns 18
Molybdän-Nickellegierungen, Bestimmung von Cd, Pb und Bi 203
Molybdat, Störung der Uranbestimmung 141
Monazitsand, Bestimmung von Blei 315
Monoäthylenglykol, Abtrennung 40
Monobromamin, Bestimmung in Wasser 302
Monobutyrin, Bestimmung 74
Monocarbonsäuren, Titration in nichtwäßrigem Medium 127
Monochloramin, Bestimmung in Wasser 302
Monochlorphenol, Bestimmung 443
Monocycloparaffine, Abtrennung aus Bezinfraktionen 392
Monofluorophosphat, Abtrennung 194; Trennung von Monophosphat und Difluorophosphat 197
Monohydroxybenzol, siehe Phenol
Monopalmitin, Bestimmung 74
Monophosphat, Bestimmung 51; Bestimmung neben Fluorophosphaten 197; Abtrennung 194
Monosaccharide, Bestimmung durch Ionenaustauscher 216
Morinda citrifolia, Untersuchung 449
Morindin, Untersuchung 449
Morphin, Nachweis 226; Bestimmung 216; kleinster Mengen 455; R_f-Wert 358; Bestimmung in Opium 456
Most, Nachweis von Aminosäuren in frischem und gärendem Most 51
Muskel-Inosit, Bestimmung 461
Mutterkorn, Bestimmung freier Aminosäuren im Honigtau 225
Mutterkornalkaloide, Bestimmung von Lumi-Mutterkornalkaloiden 456
Mutterkornöl, Bestimmung von Fettsäuren 225
Myo-Inosit, Bestimmung 461

Nahrungsmittel, siehe Lebensmittel
Naphthalinderivate zum Nachweis von Zinn(II) 144
Naphthole, Farbreaktionen 388
Naphtholgelb, Bestimmung in Senf 54
Narcotica, Nachweis mit Hilfe der Tüpfelanalyse 226
Narcotin, Bestimmung 216; Trennung von Papaverin 455
Natrium, Trennung von Kalium durch Ionenaustausch 364; Bestimmung in Lagermetall 61
Natriumalizarinsulfonat, Indicator bei Fällungstitrationen 401
Natriumchlorid, Bestimmung von Kupfer und Zink 316
Natriumfluorophosphat, Untersuchung 199

Natriumhydrogencarbonat, Bestimmung von Phenylcinchonylsäure neben Natriumhydrogencarbonat 448
Natriumhypobromit, als Maßlösung für Titrationen 410
Natrium-Kaliumlegierungen, Bestimmung von Chromspuren 319
Natriumperborat, Bestimmung 375
Natriumsilicofluorid, Bestimmung in Verchromungsbädern 210
Natriumsulfidlösungen zur Trennung von Metallionen 128
Naturkautschuk, Bestimmung 131
Nemural, Bestimmung 454
Neodym, komplexometrische Bestimmung 187; Bestimmung in Wismutlegierungen 307
Neothoron, zur Bestimmung von Uran 141
Neutronenreaktionen für die chemische Analyse 124
Nickel, Nachweis 131; Bestimmung 107, 108, 134; spektralphotometrische Bestimmung 156, 375; potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 45, 187; Nachweis in Gegenwart von Kobalt, Kupfer und anderen Elementen 156; Abtrennung 271; Trennung von Zirkonium 86; von Eisen 374; Bestimmung in metallkeramischen Legierungen 57; im Boden 125; Störung bei der Kupferbestimmung 133; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174; Bestimmung von Kupfer 313; kleiner Eisengehalte 310
Nickelcarbonyl, Bestimmung in der Luft 56
Nickeldimethylglyoxim, Analyse 379
Nickelfurildioxim, Analyse 379
Nickel-Molybdänlegierungen, Bestimmung von Cd, Pb und Bi 203
Nickelsalzlösungen, Abtrennung von Zink 319
Nickelüberzüge, Bestimmung von Schwefeleinschlüssen 313
Nickel-Wolframlegierungen, Bestimmung von Cd, Pb und Bi 203
Nicotin, R_f-Wert 358
Nicotinaldehyd-thiosemicarbazonhydrochlorid, Bestimmung 453
Nicotinamid, Nachweis und Bestimmung 386
Nicotinsäure, Nachweis und Bestimmung 386; Bestimmung 390
Nicotinsäureamid, Bestimmung 390
Nicotinsäurediäthylamid, Bestimmung 390
Nicotinsäurehydrazid, Nachweis und Bestimmung 386; Bestimmung 390
Nigerose, Identifizierung durch IR-Absorption 383
Ninhydrin, zum Nachweis von Fettsäuren 380
Niob, Trennung von Tantal 149, 150; Bestimmung in Stahl 150; Störung bei der Zirkoniumbestimmung 145; Bestimmung von Arsen 64; von Tantalspuren 202
Nipagin, Farbreaktion 327
Nisentil, Nachweis 226
Nitranilsäure, als Reagens zur volumetrischen Bestimmung organischer Basen 129
Nitrat, Bestimmung 147; Bestimmung von organischen Nitraten in pharmazeutischen Präparaten 451; Einfluß auf die Adsorption von Zirkonium 85, 184
Nitrit, Bestimmung 147
Nitroäthan, Nachweis von Stickstoff 285
Nitro-aminonaphthalin-sulfonsäuren, zum Nachweis von Zinn(II) 144
m-Nitrobenzamidoxim, als Reagens zum Nachweis einiger Kationen 130
m-Nitrobenzoesäure, Bestimmung in Elektrolyten der Zinnregenerierung 209
Nitrobenzol, Bestimmung 107, 109, 111
Nitrodibenzoylmethane zum Nachweis von Titan 144
Nitromethan, Nachweis von Stickstoff 285
α-Nitronaphthalin, Analyse 379
Nitrosodiphenylamin, Prüfung auf N- und O-haltige Atomgruppen in Nitrosodiphenylamin und seinen Verbindungen 379
5-Nitroso-8-hydroxychinolin, Analyse 379
N-Nitroso-N-methylharnstoff, Bestimmung 447
1-Nitroso-2-naphthol, Reagens zur Untersuchung von Phenolderivaten 234; Analyse 379
Nitrosoverbindungen, Analyse 379
Nitroverbindungen, Analyse 379; Bestimmung von Stickstoff nach KJELDAHL 286
Noradrenalin, Bestimmung in Plasma 234
Novalgin, Bestimmung in Gegenwart von Antipyrin und Pyramidon 453
Novocainhydrochlorid, Bestimmung 390
Nucleinsäuren, Bestimmung im Gewebe 238

Octaacetate von Disacchariden, Identifizierung durch IR-Absorption 383
1-Octanol, gaschromatographische Abtrennung 123
1-Octen, gaschromatographische Abtrennung 123
Öle, Identifizierung 159; Bestimmung in pflanzlichen Erzeugnissen 396; halbtrocknender Öle in Olivenöl 213; von Wasser 290
Ölgehalt, Bestimmung in Paraffinen und Paraffingatschen 394
Ölsaaten, Bestimmung des Tocopherolgehaltes 212
Ölsäure, Bestimmung 74
Oestradiol, Bestimmung im Harn 235
Oestriol, Bestimmung im Harn 235
Oestrogene, chromatographische Trennung 78
Oestron, Bestimmung im Harn 235
Olefine, Bestimmung mittels der Bromzahl 376; Bestimmung in Benzinen 211
Olivenöl, Bestimmung halbtrocknender Öle 213
Opium, Bestimmung von Morphin 456
Orcinmethode zur Bestimmung von Ribonucleinsäure 222
Organische Basen, Bestimmung durch Titration mit Perchlorsäure 389; Nitranilsäure als Reagens zur volumetrischen Bestimmung 129
Organische Fluorverbindungen, Mikroanalyse 50
Organische Halogenide, Bestimmung 377; Untersuchung auf Acetylenwasserstoff 377
Organische Lösungsmittel, Säure-Basen-Titrationen in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 441
Organische Säuren, Analyse 376
Organische Siliciumverbindungen, Bestimmung von Silicium 285
Organische Verbindungen, automatische Verbrennung 427; Bestimmung von aktivem Wasserstoff in schwer löslichen Verbindungen 283; Bestimmung von Quecksilber 283; von Hg und P in quecksilberorganischen Verbindungen 284; von Kohlenstoff in festen Substanzen 284; Nachweis von Stickstoff 285; Bestimmung von Stickstoff 285; in Verbindungen mit NO_2- bzw. >N—N<-Gruppierung 286; Vorprüfung auf N- und O-haltige Atomgruppen 379; Bestimmung von N, S und Halogenen 48; von Sauerstoff 286; von Schwefel 48, 49, 161; von Halogenen 287; von Halogenen und Schwefel in einer Einwaage 286; Mikrobestimmung von Chlor und Brom 287
Ornithin, Bestimmung im Wein 159
Oxalat, Störung bei der Papierchromatographie von Kationen 41
Oxalsäure, Störung bei der Zirkoniumbestimmung 145
Oxime, Analyse 379
Oxyde, Reduktion auf Zinnplattierungen 305; Bestimmung von Beryllium 304
8-Oxynaphthalin-3,6- disulfonsäure-1-azo-2′(-1′,8′-dioxynaphthalin-3′,6′-disulfonsäure), als Indicator bei chelatometrischen Titrationen 442
17-Oxyprogesteroncapronat, Bestimmung 79
Oxytetracyclin, Bestimmung 88
Ozon, Bestimmung in Luft 55

Palatine Chrome Black S, Indicator in der Chelatometrie 45
Palladium, Nachweis 130; gravimetrische Bestimmung mit 2-(o-Hydroxyphenyl)-benzoxazol 359; Trennung von Platin 157; Bestimmung in Uran 59; Störung bei der Kupferbestimmung 133
Palladiumdimethylglyoxim, Analyse 379
Palladiumfurildioxim, Analyse 379
Palladiumnitrosodiphenylamin, Analyse 379
Pantothensäure, Bestimmung 463
Papaverin, Bestimmung 216; Trennung von Narcotin 455
Papierchromatographie, Arbeitsweise 440; Untersuchung der Fleckengröße 441; Trennungsgang der Kationen 41
Paracodinbitartrat, Bestimmung 390
Paraffin, Verbrennung 430; Bestimmung der Reinheit 394
Paraffine, Kennzeichnung von festen Paraffinen 393; Abtrennung verzweigter Paraffine aus Bezinfraktionen 392; Bestimmung des Ölgehaltes 394
Paraffingatsche, Bestimmung des Ölgehaltes 394
Parasorbinsäure, Farbreaktion 327
Pastillen, Untersuchung auf Chlorhexidin 219
Penicillin, Reaktion mit Fehlingscher Lösung 289
Penicillinderivate, Reaktion mit Fehlingscher Lösung 289
Pentan, gaschromatographische Abtrennung 123
1-Pentanol, gaschromatographische Abtrennung 123

Pentaphosphat, Bestimmung 51
Pentosen, Bestimmung in Polysacchariden und Urin 233
Pepsin, Bestimmung im Magensaft 228
Perchlorsäure zur Titration von Basen in nichtwäßriger Lösung 126; zur Bestimmung organischer Basen 389
Pervitinhydrochlorid, Bestimmung 390
Petroleumfraktionen, Bestimmung von Metallspuren 393
Pflanzen, Bestimmung von Silicium 214; von Molybdän und Kupfer 395
Pflanzensubstanz, Bestimmung von Germanium 215; von Öl und Rohfett 396; Trennung von Gallussäureestern 397
p_H-Wert, Einfluß auf den Nachweis von Eisen(II) mit Kakothelin 11.
Pharmaceutica, Bestimmung von Wismut 444; von Wismut neben Magnesium und von Wismut neben Zink 444; von Chlorhexidin 219; von Vitamin D 452; von Herzglykosiden und organischen Nitraten 451; von Rutin 453; von Geneserin 457
Pharmazie, Verwendung von Ionenaustauschern 216
Phenanthren, Verbrennung 430
Phenergan, Bestimmung 450
Phenol, Farbreaktion 388; Bestimmung 385; Titration mit Halogenen 385
Phenolderivate, Titration in nichtwäßrigem Medium 127; Identifizierung und Bestimmung im Harn 233
Phenole, Farbreaktion mit Xanthydrol 387; Nachweis mit Flavyliumperchlorat 45; Bestimmung durch Bromierung 384
Phenolhaltige ätherische Öle, Analyse 445
Phenolphthalein, Bestimmung neben Anthrachinondrogen 449
Phenthiazin, Untersuchung von N-Alkylaminoderivaten 450; Papierchromatographie N-substituierter Phenthiazine 450
Phenylacethydroxamsäure, Analyse 379
Phenyläthylbarbitursäure, Bestimmung 448
Phenylalanin, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225
Phenylarsenoxydlösung zur Bestimmung von Monobrom- und Monochloramin in Wasser 302
Phenylcinchonylsäure, Abtrennung und Bestimmung 448
p-Phenylendiamin, Reaktion mit Steroiden 75; Bestimmung im Harn 234
Phenylfluoron, zur Bestimmung von Germanium 205, 371; von Zirkonium 145
Phloroglucin, Farbreaktion 388
Phosphat, Bestimmung nach der Molybdänblaumethode mit Zinn(II) als Reduktionsmittel 148; R_f-Wert auf der Eisenhydroxydsäule 265; Bestimmung neben Sulfat 406; Abtrennung bei der Papierchromatographie von Kationen 42
Phosphate, Papierchromatographie kondensierter Phosphate 37; gravimetrische Bestimmung 148; volumetrische Bestimmung durch Fällung mit Bleiacetat 147; mit Wismutnitrat 148; Trennung kondensierter Phosphate in Lebensmitteln 50; Bestimmung von Sulfatbeimengungen in löslichen Phosphaten 207
Phosphonitrilchloride, gaschromatographische Untersuchung 73
Phosphor, indirekte Bestimmung von Spuren 371; Bestimmung in quecksilberorganischen Verbindungen 284; in sulfidischen Erzen 314; in Polyäthylenterephthalat 400; Nachweis in Lacken 72; Einfluß auf die Schwefelbestimmung 164
Phosphorite, Bestimmung des Wasser- und Carbonatgehaltes 316
Phosphorsäure, Trennung von Zirkonium 172; Bestimmung in Kreideböden 320; Störung bei der Zirkoniumbestimmung 145; Rückgewinnung des Molybdäns aus molybdänhaltigen Filtraten der Phosphorsäurebestimmung 18
Phosphorsäureester, Bestimmung 377; Auftrennung 459
Phthalsäureester, gaschromatographische Trennung 40
Physikalische Konstanten, Zusammenhänge mit chemischer Struktur 442
Physiologische Flüssigkeiten, Untersuchung mit Ionenaustauscher 217
Picoline, Bestimmung in Steinkohlenteer 391
Picolylamin, Chelatbildung mit Kobalt 442
Pikrinsäure, Verbrennung 430
Pikrolonsäure, Analyse von Verbindungen 379
Pipecolinsäure, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225
Plasma, Bestimmung von Inulin neben Glucose 461; Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 234
Platin, Abtrennung 128; Trennung von Rhodium 157; von Palladium 157; Bestimmung in Uran 59; in Plutonium 59

Platinmetalle, Verteilung der Chlorokomplexe 157; colorimetrische Bestimmungsmethoden 157
Plutonium, Fällung von Spuren mit Mandelsäure bzw. Brommandelsäure als Reagens 417; Trennung von Uran 420; Bestimmung von Spuren Rhodium und Platin 59
Plutonium(VI), Abtrennung 142
Polarimeter, photoelektrisches direkt anzeigendes Polarimeter 132
Polarographie, Reproduzierbarkeit polarographischer Messungen 100; Verbesserung der Auflösung und Registrierung derivativer Polarogramme 44
Polyäthylenterephthalat, Bestimmung von Phosphor 400
Polyamid, Bestimmung 131
Polyene, Untersuchung der Aldehyd- und Ketogruppen in oxydierten Polyenen 398
Polyhydroxypropylenglykole, Bestimmung des Hydroxylgruppengehaltes 447
Polyisobutylen, Bestimmung in Gummierzeugnissen 71
Polymere, Bestimmung von Chlor 399
Polyoxyäthylenfettsäureester, Nachweis in Backhilfsmitteln 291
Polyoxyäthylen-Sorbitan-monofettsäureester, Bestimmung in Backhilfsmitteln 291
Polyphenyle, Bestimmung von Biphenyl 400
Polysaccharide, Bestimmung 230; Bestimmung von Glucuronsäure, Glucose und Pentosen 233
Polystyrol, Bestimmung 131
Polysulfid, Bestimmung 130
Polythionat, als Reagens zum Nachweis von Eiweiß im Urin 231
Polyvinylchlorid, Bestimmung von Chlor 399
Porphyrine, papierchromatographische Bestimmung in Urin 238
Potentiometrie, potentiometrische Endpunktsanzeige bei chelatometrischen Titrationen 42
Praseodym, komplexometrische Bestimmung 187; Bestimmung in Wismutlegierungen 307
Progesteron, Bestimmung in Gelbkörpergewebe 75
Prolin, Bestimmung in Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Promazin, Eigenschaften und Abtrennung 220
1-Propanol, gaschromatographische Abtrennung 123
Propionaldehyd, Bestimmung in Luft 300
Propionsäure, Farbreaktion 327
n-Propylamin, R_f-Wert 378, 379
Propylenglykoldibuttersäureester, Bestimmung 190
Propylenglykoldipropionsäureester, Bestimmung 190
Propylenglykoldi-n-valeriansäureester, Bestimmung 191
Propylenglykolmonoisovaleriansäureester, Bestimmung 192
Propylenpolymere, Bestimmung der Bromzahlen 72
Propyl-p-toluolsulfonat, Bestimmung 377
Protaktinat(V)-ionen, Bildung 141
Proteine, Charakterisierung 228; elektrophoretische Untersuchung im Serum 229; papierelektrophoretische Trennung von Serumproteinen 229
Protiumdeuterid, Verhalten 438
Pseudoephedrin, Bestimmung in Ephedra 222
Putrescin, Bestimmung 73
Pyramidon, Bestimmung 390; Bestimmung von Novalgin und Melubrin in Gegenwart von Pyramidon 453
Pyridin, Nachweis und Bestimmung 386
Pyridin-2-aldehyd, als Chelatbildner 442
Pyridin(2-azo-4)resorcin, Indicator in der Chelatometrie 186
Pyridinbasen, Bestimmung in Steinkohlenteer 391
Pyridinderivate, als Chelatbildner mit Metallen 442; Nachweis und Bestimmung 386
Pyridin-2,6-dialdoxim, Chelatbildung mit Eisen(II) 442
Pyridine, Bestimmung in Kohlenteerfraktionen 391
1-(Pyridylazo)-2-naphthol zur Bestimmung von Uran 142
[1-(-Pyridylazo)-2-naphthol]-Kupferkomplexonat, Indicatorsystem bei Fällungstitrationen 401
Pyridyl-(2-azo-4)-resorcin, Indicator bei Fällungstitrationen 401
Pyrit, Bestimmung von Gallium 370; von Selen 314
Pyritkonzentrate, Bestimmung von Schwefel 161
Pyrogallol, Farbreaktion 388
Pyrrolderivate, Infrarotspektren 389

Quartäre Ammoniumhalogenide, Bestimmung 379
Quartäre Ammoniumverbindungen, Nachweis in Milch 294

Quecksilber, Nachweis 130; Bestimmung 137; Schnellbestimmung 137; potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 187; Bestimmung in organischen Verbindungen 283; in quecksilberorganischen Verbindungen 284; neben Wismut in Pharmaceuticis 444
Quecksilber(I), Störung der Uranbestimmung 141
Quecksilber(II), Bestimmung in Schmierölen 393
Quecksilber(II)-acetat, Titration 127
Quecksilberelektrode zur Bestimmung von Cystein und Cystin 1
Quecksilberorganische Verbindungen, Bestimmung von Hg und P 284
Quecksilberoxycyanid, Bestimmung 443
Quecksilberverbindungen, organische Quecksilberverbindungen als Reagentien zur Bestimmung von Thioharnstoff und ähnlichen Verbindungen 130

Radium, Abtrennung durch Mitfällung mit Bleisulfat 136
Reaktormaterialien, Bestimmung von Verunreinigungen 304
Redoxtitrationen in nichtwäßriger Lösung 127
Reduzierende Substanzen, Bestimmung im Wein 159
Reinsubstanzen, Bestimmung von Verunreinigungen 125
Rescinnamin, Abtrennung und Bestimmung 223
Reserpin, Abtrennung und Bestimmung 223; Bestimmung in theophyllinhaltigen Tabletten 223
Resorcin, Farbreaktion 388; Bestimmung 385
Rhabarber, Untersuchung von China-Rhabarber 449; von Rhapontik-Rhabarber 449
Rhapontik-Rhabarber, Untersuchung 449
Rhenium, Abtrennung 128; Bestimmung von Pb, Sn, Cd und Bi 65
Rhodanid, Bestimmung im Wasser 56; in Sulfidierungsbädern 209
Rhodium, Trennung von Platin 157; Bestimmung in Plutonium 59
Ribonucleinsäure, Bestimmung 239; nach der Orcinmethode 222
Ricinusöl, Bestimmung von 17-Oxyprogesteroncapronat 79
Röntgenfluorescenzanalyse, Einsatzmöglichkeiten 439
Roggensamen, Bestimmung von 2(3)-Benzoxazolinon 395
Rohbenzol, Bestimmung von ungesättigten Kohlenwasserstoffen 212
Rohfett, Bestimmung in pflanzlichen Erzeugnissen 396; in Fischmehl 295
Rubidium, Bestimmung 132
Rutin, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 453

Saccharose, Identifizierung durch IR-Absorption 383; Nachweis in Lebensmittelzusätzen 51
Säure-Base-Titrationen, in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 441
Säurechromblau K als komplexometrischer Indicator 365
Säurechromdunkelblau, als komplexometrischer Indicator 365
Säuren, Bestimmung in nichtwäßrigen Medien 126; Titration von Gemischen 1- und 2-basischer Säuren 126; Analyse organischer Säuren 376; Titration schwacher organischer Säuren in nichtwäßrigem Medium 127; Bestimmung in Wein und Likören 52
Salben, Untersuchung auf Chlorhexidin 219
Salicylaldoxim, Analyse 379; von Verbindungen 379
Salicylsäure, Farbreaktion 327
Salpetrige Säure, Bestimmung 146
Salze, Bestimmung von Schwefel 207
Salzgemische, Untersuchung mit Hochfrequenz 333
Salzsäure, wäßrige Salzsäure bei der Verteilung von Chlorokomplexen von Platinmetallen zwischen Tributylphosphat und wäßriger Salzsäure 157
Salzspuren, Bestimmung in Kesselspeisewasser 56
Sauerstoff, gaschromatographische Bestimmung 121; coulometrische kontinuierliche Bestimmung 301; in Titan 305; in Stahl 311; Bestimmung in organischen Verbindungen 286; Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 301
Sauerstoffhaltige Atomgruppen, Bestimmung in organischen Verbindungen 379
Scandium, potentiometrische Bestimmung 43; Trennung von Titan 149
Schaufeln von Gasturbinen, Bestimmung von Vanadium in Ablagerungen 69
Schlacken, Bestimmung von Schwefel 207
Schmelzpunkt, 2,4,7-Trinitrofluorenon als Reagens zur Mikroschmelzpunktsanalyse 45

Schmieröle, Bestimmung von Zink, Quecksilber(II) oder Kupfer 393
Schwangere, Abtrennung von Sulfaten und Glykuroniden der Phenolsteroide aus dem Urin Hochschwangerer 78
Schwefel, Bestimmung 109, 111; jodometrische und colorimetrische Bestimmung 274; Übersicht über die Bestimmungsmethoden in organischen Verbindungen 48; Bestimmung in organischen Substanzen 48, 49; in organischen Verbindungen gemeinsam mit Halogenen 286; in Metallen, Legierungen und Erzen 313; in Stahl 413; von Einschlüssen in galvanischen Nickel- und Kupferüberzügen 313; Bestimmung in Pyritkonzentraten und in organischen und anorganischen flüchtigen Substanzen 161; in verschiedenen Materialien 207
Schwefelkieserze, Bestimmung von Selen 314
Schwefelkohlenstoff, Bestimmung in Gasen 201; in Kohlendioxyd und inerten Gasen 301
Schwefeloxyde, Absorption in der Elementaranalyse 48
Schwefelsäureester, Bestimmung 377
Schwefel-Sulfangemische, Analyse 274
Schwefelwasserstoff, Bestimmung in Gasen 201
Schweflige Säure, Farbreaktion 327
Schweineschmalz, Untersuchung 290
Scillaglykoside, Bestimmung 451
Sedativa, Bestimmung in nichtwäßrigen Medien 126
Seewasser, Bestimmung von Kupfer 302
Selen, Abtrennung 128; Bestimmung in Kieserzen 314; von Metallen in Reinstselen 309; von Arsen 309
Seltene Erden, potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 127, 187; Trennung 140; als Salze der Äthylendiamintetraessigsäure 141; von Zirkonium 86, 185; Bestimmung in Wismutlegierungen 308; in Silicaten 314; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 175; Bestimmung von Thorium neben Seltenen Erden 366
Semen-Strychni-Präparate, Untersuchung 224
Senf, Bestimmung von gelben Farbstoffen 54
Senna, Untersuchung 449
Serin, Bestimmung im Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Serum, Bestimmung von Blutglucose 461; von Cholesterin 235; des Gesamtcholesterins 234; von Eiweiß in lipoidhaltigem Serum 230; des Albumins und Globulins nebeneinander 231; von Haptoglobin 462; von β-Lipoproteiden 232
Serumeiweiß, elektrochromatographische Untersuchung 229
Serumproteine, papierelektrochromatographische Untersuchung 229; papierelektrophoretische Trennung 229
Silber, Nachweis 130; Bestimmung in metallkeramischen Legierungen 57; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145
Silberfluorophosphat, Untersuchung 199
Silicagelsäule, Herstellung und Anwendung in der analytischen Chemie 267
Silicate, Verwendung zur Absorption von Schwefeloxyden in der Elementaranalyse 48; Bestimmung von Kupfer 302; von Gallium 369, 370; von Zirkonium 170, 178; seltener Elemente 314
Silicium, Bestimmung in organischen Siliciumverbindungen 285; in Gußeisen 67; in Sphärogüssen 312; in Pflanzen 214; Nachweis in Lacken 72; Bestimmung von Arsen 64
Siliciumverbindungen, Bestimmung von Silicium in organischen Siliciumverbindungen 285
Silicone, Zusammenhänge zwischen physikalischen Konstanten und chemischer Struktur 442
β-Sitosterol, Identifizierung in Chaksu-Öl 446
Sojabohnen, Bestimmung von Ascorbinsäure 298
Solanaceen-Alkaloide, Bestimmung und Auftrennung 457
Sorbinsäure, Analytik 246, 325
Sorbitan-monofettsäureester, Nachweis in Backhilfsmitteln 291
Speiseeis, Bestimmung der Trockensubstanz 292
Speiseöle, Nachweis von Verfälschungen 159
Spektralanalyse, Einsatzmöglichkeiten 439
Spermidin, Bestimmung 73
Spermin, Bestimmung 73
Sphärogüsse, Bestimmung von Silicium 312
Sphalerit, Bestimmung von Gallium 370
Spritzmittelrückstände, Bestimmung 55
Spuren, Analyse mit Hilfe der Gaschromatographie 40; Bestimmung bei Tüpfelreaktionen 125; spektralanalytische Bestimmung in Titanmineralien 315

Stadtluft, Bestimmung von Spuren von Kohlenwasserstoffen 299
Stärkegel, zur Elektrophorese 123
Stahl, Bestimmung von Legierungsbestandteilen und Verunreinigungen 310; von Wasserstoff 310; von Kohlenstoff 311; kleiner Kohlenstoffgehalte 66; von Carbid in nichtrostenden und hochlegierten Stählen 203; von Titan 67; von Vanadium 67; von Niob 150; von Sauerstoff 311; von Schwefel 207, 413; von Molybdän 206; Simultanbestimmung von Molybdän und Wolfram 311; Bestimmung von Eisencarbid 312
Stahlblech, Bestimmung von Eisen in Zinnschmelzen zur Verzinnung von Stahlblech 60
Stearinsäure, Bestimmung 74
Steinkohle, Bestimmung von Gallium 369
Steinkohlenteer, Bestimmung von Pyridinbasen 391
Stémétil, Bestimmung 451
Sterine, Chromatographie 75
Steroide, Farb- und Fluorecenzreaktionen auf Papier 74; Chromatographie 75; chromatographische Auftrennung 74; Trennung schwach polarer Steroide 76
Stickstoff, gaschromatographische Bestimmung 121; Bestimmung nach KJELDAHL 47; Bestimmung in der Elementaranalyse 48, 285; Nachweis in organischen und anorganischen Verbindungen 285; Bestimmung in Verbindungen mit NO_2- bzw. >N—N<-Gruppierung 286; in Ferrolegierungen 312; Nachweis in Lakken 72; Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 301
Stickstoffdioxyd, Bestimmung 146; Ultramikrobestimmung in der Luft 299
Stickstoffhaltige Atomgruppen, Bestimmung in organischen Verbindungen 379
Stoffwechselprodukte, ionophoretisch-papierchromatographische Auftrennung komplizierter Gemische von Stoffwechselprodukten 459
Strontium, papierchromatographische Bestimmung 365; potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 45; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 175
Strontium-90, Bestimmung in Milch und Milchpräparaten 160, 293
Strontium-Yttrium-System, Isolierung von trägerfreiem Yttrium 366
Struktur, Zusammenhänge zwischen physikalischen Konstanten und der chemischen Struktur 442
Strychnin, Bestimmung 130; mit Aluminiumchloridisopropylat 458; R_f-Wert 358
Strychnos-Präparate, Untersuchung von Semen Strychni-Präparaten 224
Sulfacetamid, R_f-Wert 356
Sulfadiazin, Identifizierung 220; R_f-Wert 356
Sulfaguanidin, R_f-Wert 356
Sulfamerazin, Identifizierung 220; R_f-Wert 356
Sulfamezathin, R_f-Wert 356
Sulfamidin, Identifizierung 220
Sulfane, jodometrische und colorimetrische Bestimmung 274
Sulfanilamid, R_f-Wert 356
Sulfanilsäure, Bestimmung von Schwefel 166
Sulfan-Schwefelgemische, Analyse 274
Sulfapyridin, R_f-Wert 356
Sulfat, R-Wert auf der Eisenhydroxydsäule 265; konduktometrische Bestimmung 151; heterometrische Bestimmung 151; Schnellbestimmung durch Titration mit Bleimaßlösung 401; Beitrag zur komplexometrischen Bestimmung 23; Bestimmung neben Phosphat 406; Bestimmung in löslichen Phosphaten 207; Einfluß auf die Adsorption von Zirkonium 83, 183
Sulfate von Phenolsteroiden und Ketosteroiden, Trennung 78
Sulfathiazol, R_f-Wert 356; Bestimmung von Schwefel 166
Sulfathioharnstoff, Bestimmung 220
Sulfhydrylgruppen, Bestimmung in Humanhämoglobin 237
Sulfid, Bestimmung 130, 415; von Spuren 168
Sulfidierungsbäder, Bestimmung von Thiosulfat und Rhodanid 209
Sulfidische Erze, Bestimmung von Gallium 369
Sulfisomidin, Identifizierung 220
Sulfit, Bestimmung 415; in Wasser 56
Sulfonamide, fluorescenzmikroskopische Identifizierung 220; Bestimmung 216; rundpapierchromatographische Trennung 356
Sulfonnaphtholazoresorcin, zur Bestimmung von Gallium 369
Sulfosalicylsäure, Verwendung als Indicator bei der Bestimmung von Kupfer(I) neben Kupfer(II) 133; Bestimmung von Schwefel 166

Tabletten, Bestimmung von Dimethylamino-acetylphenthiazin 451; von Digitoxin 221; von Reserpin in theophyllinhaltigen Tabletten 223
Tallöldestillate, Bestimmung des Unverseifbaren 396
Tannin, Farbreaktion 388
Tantal, Trennung von Niob 149, 150; Bestimmung in Titan 62; von Spuren in Zirkonium und Niob 202; Störung bei der Zirkoniumbestimmung 145
Tartrat, Störung bei der Papierchromatographie von Kationen 41
Tellur, Abtrennung 128; Bestimmung in sulfidischen Erzen 314
Tellur(IV), Bestimmung mit K_2MnO_4 422
Tellurat, Trennung von Tellurit 151
Tellurit, Trennung von Tellurat 151; Störung bei der Uranbestimmung 141
Tetraäthylenglykol, Abtrennung 40
1-Tetradecen, gaschromatographische Abtrennung 123
Tetrametaphosphat, Bestimmung 51
Tetramethylendibromid, Bestimmung 377, 378
Tetramethylpyridin, Bestimmung in Steinkohlenteer 391
Tetraphenylstiboniumchlorid, Polarogramm 44
Tetraphosphat, Bestimmung 51
Thallium, Bestimmung 107, 108, 109, 111; in sulfidischen Erzen 314; Bestimmung von Arsen 65
Thallium(III), potentiometrische Bestimmung 43
Thebain, Bestimmung 216
Theophyllin, Bestimmung von Reserpin in theophyllinhaltigen Tabletten 223
Thermoanalysegerät, Verwendung des Differentialthermoanalysegerätes 46
Thiamin, Bestimmung mit 6-Aminothymol 297
Thiaminpyrophosphat, Bestimmung 53
Thiobarbiturate, Bestimmung 218
Thiocarbonsäureamid, Einfluß auf die Chelatbildung von Pyridinderivaten 442
Thioharnstoff, Verwendung als Indicator in der Chelatometrie 186; Bestimmung 130; von Schwefel 166
Thiophenderivate, Infrarotspektren 389
Thiosulfat, Bestimmung 415; in Wasser 56; in Sulfidierungsbädern 209
Thorin, zur Bestimmung von Thorium 367
Thorium, Bestimmung mit Thorin 367; potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 45, 127; Bestimmung in Gegenwart von Zirkonium, Titan und Seltenen Erden 266; Trennung von Zirkonium 81, 173; Bestimmung in Meerschlamm 204; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174
Thorium(IV), Nachweis mit Arsenazo 142
Thoriumnitratlösung, zur heterometrischen Fluoridbestimmung 153
Thoriumoxydschlamm, Bestimmung von Molybdän 206
Threonin, Bestimmung im Wein 159; im Honigtau des Mutterkorns 225
Thymol, Farbreaktion 388
Titan, Mikronachweis mit β-Diketonen 144; Nachweis und Abtrennung 371; Trennung von Zirkonium 81, 176; von Vanadium und Scandium 149; von Eisen 374; Bestimmung in legierten Stählen 67; Nachweis in Lacken 72; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145; Bestimmung von Beryllium in Titan 303; von Kohlenstoff 62; von Thorium 366; von Tantal 62; von Sauerstoff 305
Titan(IV), Störung der Uranbestimmung 141
Titandioxyd, Bestimmung von SiO_2 neben TiO_2 259
Titanlegierungen, Bestimmung von Beryllium 303; von Kohlenstoff 62; von Zirkonium 305; von Tantal 62
Titanminerale, spektralanalytische Spurenanalyse 315
Titrationen, mit Wasserstoffperoxyd- und Natriumhypobromitmaßlösungen 410; Säure-Base-Titrationen in wasserhaltigen organischen Lösungsmitteln 441
Titrationen in nichtwäßriger Lösung, Redoxtitrationen 127; zur Bestimmung von Säuren und Basen 126
Tocopherol, Trennung von α-, β-, γ- und δ-Tocopherol 54; Bestimmung kleiner Mengen in Ölsaaten 212
Toluol, Bestimmung von Verunreinigungen 41; von Benzol 41, 212; von Cyclohexanol 41
Ton, Bestimmung von Ca und Mg 136
Traubensäfte, Nachweis entschwefelter Traubensäfte 158
Trennsäulen, Anwendung in der analytischen Chemie 262
Triäthylamin, R_f-Wert 378
Triäthylenglykol, Abtrennung 40
Tri(2-äthyl-hexyl)-phosphat, Bestimmung 377

Triäthylphosphat, Bestimmung 377
Tributylamin, R_f-Wert 378
Tributylammonium-molybdän-thioglykolat bei der Trennung von Molybdän und Vanadium 362
Tributylphosphat, bei der Verteilung von Chlorokomplexen einiger Platinmetalle 157; Bestimmung 377
Tributyrin, Bestimmung 191
Tridion, Bestimmung in Aspirin 125; Bestimmung von Diphenyl 125
2,3,7-Trihydroxy-9-phenyl-6-fluoron, Anwendung zur Bestimmung von Germanium 205; von Zirkonium 145
Trilaurin, Bestimmung 74
Trimetaphosphat, Bestimmung 51
Trimethylamin, R_f-Wert 378
2,4,7-Trinitrofluorenon als Reagens 45
Trinkmilch, Nachweis der Antiseptica und Antibiotica 295
Tri-n-octylphosphinoxyd, Anwendung zur Extraktion von Chrom 319
Triolein, Bestimmung 74
Tripalmitin, Bestimmung 74
Triphosphat, Bestimmung 51
Triphosphorpyridinnucleotide, Bestimmung 240
Tris-(hydroxymethyl)-aminomethan als Indicator in der Chelatometrie 186
Tritiummarkierte Verbindungen, Bestimmung der Radioaktivität 129
Trockensubstanz, Bestimmung von Speiseeis 292; von Bodenschollen 320
Tropolon, Bestimmung 374
Trübungstitrationsphotometer, automatisches Instrument 131
Tryptophan, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225
Tüpfelreaktionen mit abgegrenzter Fleckengröße zur Bestimmung von Spuren 125
Turanose, Identifizierung durch IR-Absorption 383
Tyrosin, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225
Tyrosinase, Bestimmung der Catecholaseaktivität 464

Übergangsmetalle, Trennung durch Anionenaustausch 128
Ungesättigte hochmolekulare Verbindungen, Analyse 211
Untersalpetrige Säure, Bestimmung 146
Unverseifbares, Bestimmung in Talläldestillaten 396
Uran, Bestimmung 368; mit Chromotropsäure 141; mit 1-(Pyridylazo)-2-naphthol 142; colorimetrische Bestimmung mit Neothoron 141; Titration mit Ammoniumvanadat 368; Trennung von Plutonium 420; von Zirkonium 86; Bestimmung in Wismutlegierungen 307; in Erzen 204; im Meerschlamm 204; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 174; Bestimmung von Pt und Pd 59
Uran(VI), Studium der analytischen funktionellen Gruppen für Uran(VI) 5; Nachweis 130; mit Arsenazo 142; Bestimmung 107, 134; Abtrennung 142
Uran(IV)-fluorid, Bestimmung von Fluor 317
Uranon, zur Bestimmung von Thorium 366
Uranverbindungen, Bestimmung von Fluor 317
Uranylsulfatlösung, Bestimmung von Molybdän 206
Urethanharze, Erkennung 72
Urin, Bestimmung von Glucuronsäure, Glucose und Pentosen 233; von Inulin neben Glucose 461; Nachweis und Bestimmung von Eiweiß 231; Bestimmung von freien Porphyrinen 238; chromatographische Trennung der Sulfate und Glykuronide der 17-Ketosteroide 78; Trennung der Glykuronide und Sulfate vom Phenolsteroiden im Urin Hochschwangerer 78; siehe auch Harn
Uroporphyrin, R_f-Wert 238

Valin, Bestimmung im Honigtau des Mutterkorns 225
Vanadat, Titration mit Molybdän(III) 27; Störung der Uranbestimmung 141
Vanadinsäure, Bestimmung von Vanadium 308
Vanadium, Trennung von Titan 149; von Zirkonium 86; von Molybdän durch Extraktion 362; Bestimmung im metallischen Vanadium, in Legierungen und Vanadinsäure 308; im Stahl 67; in Ablagerungen 69; Störung bei der Kupferbestimmung 133; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174; Bestimmung von Arsen 64
Vanadium(IV), potentiometrische Bestimmung 43
Vanadium(V)-oxyd, Bestimmung von SiO_2 neben V_2O_5 260
Verätherungsgrad, Bestimmung von Carboxymethylcellulose 397
Verbindungen mit >N—N<-Gruppierung, Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 286

Verchromungsbäder, Bestimmung von Natriumsilicofluorid 210
Vergorene Flüssigkeiten, Bestimmung von sek. Butanol und Isopropanol 158
Verpackungsmaterial, Absorption und Desorption von Ammoniak 298
Verseifungszahlen, Bestimmung in Schweineschmalz 290
Verunreinigungen, Bestimmung durch Messung von Dialysegeschwindigkeiten 442; Bestimmung in Reaktormaterialien 304; im Stahl 310; in Gelatine und Leim 213
Violaxanthin, Abtrennung 389
Vitamin A, Bestimmung 296
Vitamin B_1, Bestimmung Getreide in 296
Vitamin D, Bestimmung 296; in pharmazeutischen Präparaten 452

Wachse, Bestimmung der Phasenübergänge 394
Waschmittel, Bestimmung synthetischer Waschmittel in Abwässern 57
Wasser, Bestimmung in Glycerin, Margarine, Ölen und Fetten 290; in Butter 290; des Wasservolumens in Bodenschollen 320; in Phosphoriten 316; in oxydischen Katalysatoren 318; Vereinheitlichung der Methoden zur Bestimmung verschiedener Stoffe 56; Bestimmung von Salzspuren in Kesselspeisewasser 56; von Ca und Mg in Industriewasser 136; kleiner Mengen von Ammoniak 302; von Sulfat 151; von Methanol 41; von Monobromamin und Monochloramin 302; siehe auch Abwasser, sowie Seewasser
Wasseraufnahme an Aluminiumoxyd 128
Wasserstoff, Bestimmung 46; gaschromatographische Bestimmung 121; Bestimmung von aktivem Wasserstoff in schwer löslichen Verbindungen 283; Bestimmung in Magnesium 303; im Stahl 310; des Acetylenwasserstoffs in organischer Lösung 377; Bestimmung von Deuterium 433
Wasserstoffperoxyd, als Maßlösung für Titrationen 410; Bestimmung 375
Weichmacher, Bestimmung in Kunststoffen für die Lebensmittelindustrie 289
Wein, Unterscheidung naturreiner und gezuckerter Weine 158; Bestimmung von sek. Butanol und Isopropanol 158; von Aldehyd 52; des Gesamtsäuregehaltes 52; Untersuchung der Eiweißstoffe zur Unterscheidung 158
Weinsäure, oxydimetrische Bestimmung 383
Weißblech, Bestimmung von Zinn 62
Weißmetall, Bestimmung von Sb, Sn und Pb 307
Weizenmehl, Bestimmung basischer Aminosäuren 459
Wismut, potentiometrische Bestimmung 43; komplexometrische Bestimmung 187; Bestimmung neben Magnesium 444; neben Magnesium und Zink 444; neben Quecksilber 444; Abtrennung 128; Bestimmung in hitzebeständigen Legierungen 203; in Rhenium 65; in Ferrowolfram 65; in sulfidischen Erzen 314; in pharmazeutischen Präparaten 444; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174
Wismut-Antimonlegierungen, Untersuchung mit Hochfrequenz 351
Wismutlegierungen, Analyse 307
Wismutnitrat zur Fällung von Phosphaten 148
Wolfram, Bestimmung 372; Trennung von Zirkonium 86; Bestimmung in metallkeramischen Legierungen 57; im Stahl 311; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 145, 174
Wolframation, Bestimmung als Bleiwolframat 114
Wolfram-Nickellegierungen, Bestimmung von Cd, Pb, Bi 203

Xanthogenate, Bestimmung 130
Xanthydrol, Farbreaktion mit Phenolen 387
Xylenolorange, Verwendung als Indicator bei Fällungstitrationen 401; zur Bestimmung von Wismut 444
Xylol, Trennung von m- und p-Xylol 384

Yttrium, potentiometrische Bestimmung 43; chelatometrische Titration 127; Isolierung von trägerfreiem Yttrium aus dem System Strontium-Yttrium 366
Yttrium-Strontium-System, Isolierung von trägerfreiem Yttrium 366

Zement, Bestimmung von Aluminium 155
Zeolithe, Adsorptionsmittel in der Gaschromatographie 121
Zimtsäure, Farbreaktion 327
Zincon zur Bestimmung von Cu und Zn 134